N° d'enregistrement
au C.N.R.S
A.O. 7448

THESES

présentées

A L'UNIVERSITE SCIENTIFIQUE ET MEDICALE DE GRENOBLE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

par

Robert PECHART

Première Thèse

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE L'ORDRE DIRECTIONNEL INDUIT PAR TRAITEMENT THERMOMAGNETIQUE DANS LES MONOCRISTAUX D'ALLIAGES BINAIRES FERROMAGNETIQUES

Deuxième Thèse

Propositions données par l'Université

Soutenue le 14 Septembre 1972 devant la Commission d'Examen.

L. NEEL Président

G. AUBERT

A. FERRO Examinateurs

J. PAULEVE

N° d'enregistrement
au C.N.R.S
A.O. 7448

THESES

présentées

A L'UNIVERSITE SCIENTIFIQUE ET MEDICALE DE GRENOBLE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

par

Robert PECHART

Première Thèse

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE L'ORDRE DIRECTIONNEL INDUIT PAR TRAITEMENT THERMOMAGNETIQUE DANS LES MONOCRISTAUX D'ALLIAGES BINAIRES FERROMAGNETIQUES

Deuxième Thèse

Propositions données par l'Université

Soutenue le 14 Septembre 1972 devant la Commission d'Examen.

L. NEEL	Président
G. AUBERT	
A. FERRO	Examinateurs
J. PAULEVE	

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

UNIVERSITE SCIENTIFIQUE
ET MEDICALE DE GRENOBLE

LISTE DES PROFESSEURS

Président : Monsieur Michel SOUTIF
Vice-Président : Monsieur Gabriel CAU

PROFESSEURS TITULAIRES

MM.	ANGLES D'AURIAC Paul	Mécanique des fluides
	ARNAUD Georges	Clinique des maladies infectieuses
	ARNAUD Paul	Chimie
	AYANT Yves	Physique approfondie
Mme	BARBIER Marie-Jeanne	Electrochimie
MM.	BARBIER Jean-Claude	Physique expérimentale
	BARBIER Reynold	Géologie appliquée
	BARJON Robert	Physique nucléaire
	BARNOUD Fernand	Biosynthèse de la cellulose
	BARRA Jean-René	Statistiques
	BARRIE Joseph	Clinique chirurgicale
	BENOIT Jean	Radioélectricité
	BESSON Jean	Electrochimie
	BEZES Henri	Chirurgie générale
	BLAMBERT Maurice	Mathématiques Pures
	BOLLIET Louis	Informatique (I.U.T. B)
	BONNET Georges	Electrotechnique
	BONNET Jean-Louis	Clinique ophtalmologique
	BONNET-EYMARD Joseph	Pathologie médicale
	BONNIER Etienne	Electrochimie Electrométallurgie
	BOUCHERLE André	Chimie et Toxicologie
	BOUCHEZ Robert	Physique nucléaire
	BRAVARD Yves	Géographie
	BRISSONNEAU Pierre	Physique du Solide
	BUYLE-BODIN Maurice	Electronique
	CABANAC Jean	Pathologie chirurgicale
	CABANEL Guy	Clinique rhumatologique et hydrologie
	CALAS François	Anatomie
	CARRAZ Gilbert	Biologie animale et pharmacodynamie
	CAU Gabriel	Médecine légale et Toxicologie
	CAUQUIS Georges	Chimie organique
	CHABAUTY Claude	Mathématiques Pures
	CHARACHON Robert	Oto-Rhino-Laryngologie
	CHATEAU Robert	Thérapeutique
	CHENE Marcel	Chimie papetière
	COEUR André	Pharmacie chimique
	CONTAMIN Robert	Clinique gynécologique
	COUDERC Pierre	Anatomie Pathologique
	CRAYA Antoine	Mécanique
Mme	DEBELMAS Anne-Marie	Matière médicale
MM.	DEBELMAS Jacques	Géologie générale
	DEGRANGE Charles	Zoologie
	DESSAUX Georges	Physiologie animale
	DODU Jacques	Mécanique appliquée
	DREYFUS Bernard	Thermodynamique
	DUCROS Pierre	Cristallographie
	DUGOIS Pierre	Clinique de Dermatologie et Syphiligraphie
	FAU René	Clinique neuro-psychiatrique
	FELICI Noël	Electrostatique
	GAGNAIRE Didier	Chimie physique
	GALLISSOT François	Mathématiques Pures
	GALVANI Octave	Mathématiques Pures
	GASTINEL Noël	Analyse numérique
	GERBER Robert	Mathématiques Pures

MM.	GIRAUD Pierre	Géologie
	KLEIN Joseph	Mathématiques Pures
Mme	KOFLER Lucie	Botanique et Physiologie végétale
MM.	KOSZUL Jean-Louis	Mathématiques Pures
	KRAVTCHENKO Julien	Mécanique
	KUNTZMANN Jean	Mathématiques Appliquées
	LACAZE Albert	Thermodynamique
	LACHARME Jean	Biologie végétale
	LATREILLE René	Chirurgie générale
	LATURAZE Jean	Biochimie pharmaceutique
	LAURENT Pierre	Mathématiques Appliquées
	LEDRU Jean	Clinique médicale B
	LLIBOUTRY Louis	Géophysique
	LOUP Jean	Géographie
Mle	LUTZ Elisabeth	Mathématiques Pures
MM.	MALGRANGE Bernard	Mathématiques Pures
	MALINAS Yves	Clinique obstétricale
	MARTIN-NOEL Pierre	Seméiologie médicale
	MASSEPORT Jean	Géographie
	MAZARE Yves	Clinique médicale A
	MICHEL Robert	Minéralogie et Pétrographie
	MOURIQUAND Claude	Histologie
	MOUSSA André	Chimie nucléaire
	NEEL Louis	Physique du Solide
	OZENDA Paul	Botanique
	PAUTHENET René	Electrotechnique
	PAYAN Jean-Jacques	Mathématiques Pures
	PEBAY-PEYROULA Jean-Claude	Physique
	PERRET René	Servomécanismes
	PILLET Emile	Physique industrielle
	RASSAT André	Chimie systématique
	RENARD Michel	Thermodynamique
	REULOS René	Physique industrielle
	RINALDI Renaud	Physique
	ROGET Jean	Clinique de pédiatrie et de puériculture
	SANTON Lucien	Mécanique
	SEIGNEURIN Raymond	Microbiologie et Hygiène
	SENGEL Philippe	Zoologie
	SILBERT Robert	Mécanique des fluides
	SOUTIF Michel	Physique générale
	TANCHE Maurice	Physiologie
	TRAYNARD Philippe	Chimie générale
	VAILLAND François	Zoologie
	VAUQUOIS Bernard	Calcul électronique
Mme	VERAIN Alice	Pharmacie galénique
M.	VERAIN André	Physique
Mme	VEYRET Germaine	Géographie
MM.	VEYRET Paul	Géographie
	VIGNAIS Pierre	Biochimie médicale
	YOCCOZ Jean	Physique nucléaire théorique

PROFESSEURS ASSOCIES

MM.	BULLEMER Bernhard	Physique
	RADHAKRISHNA Pidatala	Thermodynamique

PROFESSEURS SANS CHAIRE

MM.	AUBERT Guy	Physique
	BEAUDOING André	Pédiatrie
	BERTRANDIAS Jean-Paul	Mathématiques appliquées
	BIAREZ Jean-Pierre	Mécanique
	BONNETAIN Lucien	Chimie minérale
Mme	BONNIER Jane	Chimie générale
MM.	CARLIER Georges	Biologie végétale
	COHEN Joseph	Electrotechnique
	COUMES André	Radioélectricité
	DEPASSEL Roger	Mécanique des Fluides
	DEPORTES Charles	Chimie minérale
	DESRE Pierre	Métallurgie
	DOLIQUE Jean-Michel	Physique des plasmas
	GAUTHIER Yves	Sciences biologiques
	GEINDRE Michel	Electroradiologie
	GIDON Paul	Géologie et Minéralogie
	GLENAT René	Chimie organique
	HACQUES Gérard	Calcul numérique
	JANIN Bernard	Géographie
Mme	KAHANE Josette	Physique
MM.	MULLER Jean-Michel	Thérapeutique
	PERRIAUX Jean-Jacques	Géologie et minéralogie
	POULOUJADOFF Michel	Electrotechnique
	REBECQ Jacques	Biologie (CUS)
	REVOL Michel	Urologie
	REYMOND Jean-Charles	Chirurgie générale
	ROBERT André	Chimie papetière
	SARRAZIN Roger	Anatomie et chirurgie
	SARROT-REYNAULD Jean	Géologie
	SIBILLE Robert	Construction mécanique
	SIROT Louis	Chirurgie générale
Mme	SOUTIF Jeanne	Physique générale
M.	VALENTIN Jacques	Physique nucléaire

MAITRES DE CONFERENCES ET MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

Mle	AGNIUS-DELORD Claudine	Physique pharmaceutique
	ALARY Josette	Chimie analytique
MM.	AMBLARD Pierre	Dermatologie
	AMBROISE-THOMAS Pierre	Parasitologie
	ARMAND Yves	Chimie
	BEGUIN Claude	Chimie organique
	BELORIZKY Elie	Physique
	BENZAKEN Claude	Mathématiques Appliquées
Mme	BERTRANDIAS Françoise	Mathématiques Pures
MM.	BLIMAN Samuel	Electronique (EIE)
	BLOCH Daniel	Electrotechnique
Mme	BOUCHE Liane	Mathématiques (CUS)
MM.	BOUCHET Yves	Anatomie
	BOUSSARD Jean-Claude	Mathématiques Appliquées
	BOUVARD Maurice	Mécanique des Fluides

MM.	BRODEAU François	Mathématiques (IUT B)
	BRUGEL Lucien	Energétique
	BUISSON Roger	Physique
	BUTEL Jean	Orthopédie
	CHAMBAZ Edmond	Biochimie médicale
	CHAMPETIER Jean	Anatomie et organogénèse
	CHIAVERINA Jean	Biologie appliquée (EFP)
	CHIBON Pierre	Biologie animale
	COHEN-ADDAD Jean-Pierre	Spectrométrie physique
	COLOMB Maurice	Biochimie médicale
	CONTE René	Physique
	CROUZET Guy	Radiologie
	DURAND Francis	Métallurgie
	DUSSAUD René	Mathématiques (CUS)
Mme	ETERRADOSSI Jacqueline	Physiologie
MM.	FAURE Jacques	Médecine légale
	GAVEND Michel	Pharmacologie
	GENSAC Pierre	Botanique
	GERMAIN Jean-Pierre	Mécanique
	GIDON Maurice	Géologie
	GRIFFITHS Michaël	Mathématiques Appliquées
	GROULADE Joseph	Biochimie médicale
	HOLLARD Daniel	Hématologie
	HUGONOT Robert	Hygiène et Médecine préventive
	IDELMAN Simon	Physiologie animale
	IVANES Marcel	Electricité
	JALBERT Pierre	Histologie
	JOLY Jean-René	Mathématiques Pures
	JOUBERT Jean-Claude	Physique du Solide
	JULLIEN Pierre	Mathématiques Pures
	KAHANE André	Physique générale
	KUHN Gérard	Physique
Mme	LAJZEROWICZ Jeannine	Physique
MM.	LAJZEROWICZ Joseph	Physique
	LANCIA Roland	Physique atomique
	LE JUNTER Noël	Electronique
	LEROY Philippe	Mathématiques
	LOISEAUX Jean-Marie	Physique Nucléaire
	LONGEQUEUE Jean-Pierre	Physique Nucléaire
	LUU DUC Cuong	Chimie Organique
	MACHE Régis	Physiologie végétale
	MACHIN Robert	Hygiène et Médecine préventive
	MARECHAL Jean	Mécanique
	MARTIN-BOUYER Michel	Chimie (CUS)
	MAYNARD Roger	Physique du Solide
	MICOUD Max	Maladies infectieuses
	MOREAU René	Hydraulique (INP)
	NEGRE Robert	Mécanique
	PARAMELLE Bernard	Pneumologie
	PECCOUD François	Analyse (IUT B)
	PEFFEN René	Métallurgie
	PELMONT Jean	Physiologie animale
	PERRET Jean	Neurologie
	PERRIN Louis	Pathologie expérimentale
	PFISTER Jean-Claude	Physique du Solide
	PHELIP Xavier	Rhumatologie
Mle	PIERY Yvette	Biologie animale

MM.	RACHAIL Michel	Médecine interne
	RACINET Claude	Gynécologie et obstétrique
	RICHARD Lucien	Botanique
Mme	RINAUDO Marguerite	Chimie macromoléculaire
MM.	ROMIER Guy	Mathématiques (IUT B)
	ROUGEMONT (DE) Jacques	Neuro-Chirurgie
	STIEGLITZ Paul	Anesthésiologie
	STOEBNER Pierre	Anatomie pathologique
	VAN CUTSEM Bernard	Mathématiques Appliquées
	VEILLON Gérard	Mathématiques Appliquées (INP)
	VIALON Pierre	Géologie
	VOOG Robert	Médecine interne
	VROUSSOS Constantin	Radiologie
	ZADWORNY François	Electronique

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

MM.	BOUDOURIS Georges	Radioélectricité
	CHEEKE John	Thermodynamique
	GOLDSCHMIDT Hubert	Mathématiques
	YACOUD Mahmoud	Médecine légale

CHARGES DE FONCTIONS DE MAITRES DE CONFERENCES

Mme	BERIEL Hélène	Physiologie
Mme	RENAUDET Jacqueline	Microbiologie

Fait le 15 Juin 1971

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41544313_0037

Le travail faisant l'objet de cet exposé a été effectué au Laboratoire de Magnétisme de Grenoble, Laboratoire dirigé par Monsieur le Professeur NEEL, Membre de l'Institut, Prix NOBEL.

A Monsieur le Professeur NEEL qui a bien voulu m'accueillir dans ce Laboratoire et qui me fait l'honneur de présider le Jury, je tiens à exprimer ma profonde et respectueuse gratitude.

Monsieur le Professeur AUBERT a accepté de diriger ce travail et j'ai donc bénéficié de ses conseils avisés au cours de nombreuses et très intéressantes discussions. Qu'il soit assuré de ma sincère reconnaissance.

Monsieur FERRO, Professeur à l'Université de Turin, a bien voulu faire partie de mon Jury. Je l'en remercie vivement.

Ma profonde gratitude va également à Monsieur PAULEVE, Chef de la Section Physique du Solide au Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble, ainsi qu'à Monsieur CHAMBEROD qui m'ont accordé toutes facilités pour effectuer ce travail.

Le Laboratoire des Rayons X a puissamment contribué à l'exécution des divers programmes de calcul nécessaires et je remercie ici, plus particulièrement, Messieurs BASSI et GEYNET.

Ma reconnaissance va également à Monsieur le Professeur GASTINEL, directeur du Service de Mathématiques Appliquées à l'U.S.M.G. qui m'a prodigué de très utiles conseils.

Je dois à Monsieur MOLLARD l'exécution des mesures d'aimantation nécessaires à cette étude et je l'en remercie vivement.

Je suis heureux de souligner ici, l'aide précieuse apportée par tout le personnel des Services Techniques Centraux et plus particulièrement Monsieur TREVISSON, au cours des inévitables et délicates modifications d'appareillage que nécessita cette étude.

Mes remerciements vont également à Monsieur PERRIER DE LA BATHIE qui s'est chargé de l'élaboration des échantillons et Monsieur BOUVIER dont la collaboration m'a été très précieuse.

Mademoiselle MONARD et Monsieur BRAULT ont assuré la réalisation technique de ce mémoire. Je leur sais gré de leur amabilité et de tout leur dévouement.

Enfin que tous mes amis du Laboratoire, qui d'une manière ou d'une autre m'ont apporté leur soutien, soient assurés de ma sincère reconnaissance.

SOMMAIRE

INTRODUCTION 1

CHAPITRE I : L'ORDRE DANS LES ALLIAGES 3

I - Généralités 3

I - 1 Description de l'état d'ordre 3

I - 2 Mesure des paramètres d'ordre 5

I - 2.1 Méthodes générales 5

I - 2.2 Méthodes propres aux alliages ferromagnétiques 5

I - 2.3 Conclusion 6

I - 3 Interprétations théoriques 6

I - 3.1 Origine des interactions 6

I - 3.2 Complexité du problème 6

I - 3.3 Principe du calcul 6

II - Ordre directionnel dans les alliages ferromagnétiques 7

II - 1 Définition 7

II - 2 Description phénoménologique 8

II - 3 Les théories de paires 10

II - 3.1 Formulation générale 10

II - 3.2 Modèle d'interaction pseudodipolaire 12

II - 4 Méthodes d'étude de l'O.D. 13

II - 4.1 Rappels bibliographiques 13

II - 4.1.1 Traînage magnétique 13

II - 4.1.2 Frottement interne 14

II - 4.1.3 Méthodes utilisant l'échantillon dans un état métastable 15

III - Intérêt de l'étude de l'ordre directionnel 15

CHAPITRE II - METHODE EXPERIMENTALE 17

I - Appareillage 17

I - 1 La balance de torsion 17

I - 2 L'électroaimant 17

I - 3 Les échantillons 18

I - 4 Le four 18

II - Traitements thermiques 18

II - 1 Recherche de l'état de référence 18

II - 1.1 Position du problème 18

II - 1.2 Difficultés rencontrées 19

II - 1.3 Conclusion 20

II - 2 Traitements thermiques de mise en ordre 20

III - Exploitation des mesures de couple 21

III - 1 Rappels théoriques 21

III - 2 Application spécifique à la détermination de l'O.D. 23

III - 3 Conclusion 24

CHAPTIRE III : RESULTATS EXPERIMENTAUX 27

I - Alliages fer-silicium

A - Alliage Fe Si 5,75 %

A - I.1 Choix de l'alliage 27

A - I.2 Traitements thermomagnétiques 28

A - I.3 Résultats relatifs à l'O.D. 28

I - 3.1 Données expérimentales 28

I - 3.2 Discussion relative à ces résultats 29

I - 3.2.1 Comparaison avec les résultats antérieurs 29

I - 3.2.2 Comparaison avec les théories de paires. 31

A - I.4 Résultats relatifs à l'anisotropie magnétocristalline ordinaire 31

I - 4.1 Rappels théoriques 31

I - 4.2 Résultats 35

I - 4.2.1 Détermination de K_1', K_2' 35

I - 4.2.2 Détermination des coefficients M_n. 36

B - Alliage Fe Si 2,21 % 40

B - II.1 Ordre directionnel 40

B - II.2 Constante d'anisotropie K_1 40

II - ALLIAGES NICKEL-COBALT 41

A - Alliage Ni Co 79-21 41

A - II.1 Choix de l'alliage Ni Co 79-21 41

A - II.2 Traitements thermomagnétiques 41

A - II.3 Résultats relatifs à l'anisotropie magnétocristalline ordinaire 43

A - II.4 Résultats relatifs à l'O.D. 43

II - 4.1 Variation de l'énergie induite en fonction de la direction de traitement dans le plan (110) 43

II - 4.2 Variation de l'énergie induite en fonction de la température de traitement T'. 45

II - 4.3 Variation de l'énergie induite en fonction de la température de mesure 49

II - 4.4 Discussion 49

A - II.5 Interaction entre l'ordre induit et l'anisotropie magnétocristalline ordinaire. 51

B - Alliage Ni Co 50-50 51

B - II.1 Choix de l'alliage 51

B - II.2 Traitements thermiques 51

II - 2.1 Traitement de référence 51

II - 2.2 Traitements thermomagnétiques 53

B - II.3 Interprétation 53

II - 3.1 Représentation graphique 54

II - 3.2 Interprétation quantitative 54

II - 3.3 Résultats 56

II - 3.3.1 Détermination de F et G 56

II - 3.3.2 Energie induite. 58

CHAPITRE IV - ETUDE DYNAMIQUE 61

I - Position du problème 61

II - Influence des états antérieurs 61

II - 1 Expérience 61

II - 2 Seconde expérience 63

II - 3 Conclusion 63

III - Efficacité des trempes 66

III - 1 Etude préalable de la cinétique de diffusion 66

III - 1.1 Procédé expérimental 67

III - 1.2 Exploitation des courbes obtenues 67

III - 1.2.1 Position du problème 67

III - 1.2.2 Aperçu des techniques de calcul 68

III - 1.2.3 Résultats 69
III - 1.2.4 A la recherche d'un remède 73
III - 1.2.5 Conclusions 74

III - 2 Modèle mathématique simplifié 75
III - 2.1 Température effective de traitement 75
III - 2.2 Refroidissement sous champ tournant. 79

CONCLUSION 82

Annexe I : note sur l'efficacité des trempes

Annexe II : note sur le refroidissement en champ tournant.

BIBLIOGRAPHIE

INTRODUCTION

Depuis la première publication de L. NEEL sur l'ordre directionnel en 1954, ce phénomène a fait l'objet de nombreux travaux tant en France qu'à l'Etranger. Son étude présente un intérêt physique fondamental pour la compréhension de la nature des interactions entre atomes d'un alliage métallique ferromagnétique et pour ses relations avec le problème des structures ordonnées en général. En outre, l'ordre directionnel joue un rôle pratique important concernant les propriétés magnétiques de certains alliages.

Les nombreuses études réalisées portaient essentiellement sur des échantillons polycristallins et il était indispensable de les compléter par des mesures sur monocristaux d'autant plus que certains résultats obtenus avec des échantillons monocristallins nous paraissaient sujets à caution.

Nous avons donc déterminé par mesure de couple l'ordre directionnel induit par traitement thermomagnétique dans des monocristaux d'alliages fer-silicium et nickel-cobalt. Nos expériences nous conduisant à des résultats différents de ceux publiés auparavant par d'autres auteurs, nous avons analysé l'origine de ces désaccords tant en ce qui concerne l'interprétation des expériences que l'insuffisance des théories actuelles.

Dans les deux premiers chapitres, nous rappelons brièvement la position du problème et nous exposons la méthode que nous avons retenue pour déterminer les constantes F et G qui décrivent de manière phénoménologique l'énergie uniaxiale induite dans les cristaux cubiques.

Au chapitre III, les résultats obtenus avec les alliages Fe-Si et Ni-Co font l'objet d'une confrontation avec les résultats antérieurs et les prévisions théoriques.

Dans une quatrième partie, nous complétons cette discussion par une étude dynamique du phénomène mettant en évidence les problèmes posés par la complexité des processus de diffusion.

CHAPITRE I

L'ORDRE DANS LES ALLIAGES

I - GENERALITES

I - 1 DESCRIPTION DE L'ETAT D'ORDRE :

Nous nous limiterons au cas des alliages binaires.

Soit un monocristal constitué d'atomes de nature différente A et B.

Si chaque site a la même probabilité d'être occupé par un atome de catégorie donnée, A par exemple, ou, en d'autres termes, si la répartition des atomes A et B est aléatoire, nous disons que le cristal est désordonné. Cette proposition suppose bien entendu que l'étendue du cristal soit suffisante de manière à ce que les méthodes d'étude statistique soient applicables.

Quand il devient possible de définir une maille, nous avons un alliage parfaitement ordonné. Ceci revient à caractériser un certain nombre de sites dont l'occupation par A, ou B, est exclusive.

Entre ces deux états extrêmes, toutes les étapes intermédiaires sont possibles. Il est clair que la description précise de l'état du cristal nécessite alors la connaissance d'un très grand nombre de paramètres. Cependant, les techniques expérimentales n'ont pas encore acquis suffisamment de finesse pour rendre compte de l'aspect à l'échelle atomique d'un échantillon.

Aussi W.L. BRAGG - E.J. WILLIAMS (1) et H. BETHE (2), dès 1934 ont-ils suggéré de décrire l'état d'un cristal à l'aide de paramètres d'ordre :

I - 1.1 Ordre à longue distance :

Dans le cas le plus simple, il existe dans le cristal deux types de sites cristallographiques α et β dont le nombre est $N = N_\alpha + N_\beta$.

La connaissance de l'état macroscopique de l'alliage est donnée par :

A_α nombre d'atomes A sur sites α
B_α " " B sur sites α
A_β " " A sur sites β
B_β " " B sur sites β.

Mais il est plus simple de caractériser l'état du cristal par un seul paramètre "s" d'ordre à longue distance (L.R.O.P.)

$$s = \frac{P_\alpha - f_A}{1 - f_A} = \frac{q_\beta - f_B}{1 - f_B} \qquad (1)$$

p_α et q_β étant respectivement les proportions de sites occupés par des atomes A et de sites β occupés par des atomes B, f_A et f_B les proportions relatives de ces atomes.

La situation devient rapidement très compliquée dès que nous examinons une structure réelle : ainsi, pour des réseaux cubiques, nous avons deux ou quatre sous-réseaux selon que la structure est c.c. ou c.f.c., donc deux ou quatre coefficients "s_i" correspondants. La nécessité sur le plan théorique de définir plusieurs paramètres s'est révélée indispensable dès que les physiciens ont tenté d'interpréter plus convenablement leurs résultats expérimentaux. Un travail très important a été fait dans ce sens par J.M. COWLEY (3) qui a donné une nouvelle expression des paramètres d'ordre en liaison directe avec l'analyse des diagrammes de rayons X.

I - 1.2 Ordre à courte distance :

En se limitant aux premiers voisins, soit ν la proportion de paires d'atomes de type AB.

A l'état ordonné, ν prend sa valeur maximum ν_M et à l'état désordonné, ν égale le minimum ν_m.

M. BETHE (2) définit le paramètre "σ" d'ordre à courte distance (S.R.O.P.) par la relation :

$$\sigma = \frac{\nu - \nu_m}{\nu_M - \nu_m} \qquad (2)$$

La même remarque que précédemment s'impose : l'expérience a montré qu'il était nécessaire de définir plusieurs paramètres d'ordre à courte distance..

I - 2 MESURE DES PARAMETRES D'ORDRE :

I - 2.1 Méthodes générales :

Nous disposons, pour tout alliage d'un puissant moyen d'investigation : la cristallographie aux rayons X.

La distribution de la densité électronique est en effet modifiée par la permutation d'atomes A et B. La tendance à l'établissement de l'ordre se manifeste donc par l'apparition de "raies" de surstructure inexistantes dans l'état désordonné. Il est bien connu que l'intensité de ces raies est faible par rapport à celles du réseau constitué par l'ensemble des sites car le facteur de structure fait intervenir la différence des "pouvoirs diffusants" des atomes constituants et non pas le pouvoir diffusant moyen. La méthode présente donc des difficultés suivant l'exemple choisi. Elle a été utilisée cependant avec succès pour les alliages Cu_3Au, βCu-Zn, βAg.Zn, Fe-Ni etc... mais son application reste délicate dans le cas des alliages dilués.

Nous devons citer également les techniques de mesure des capacités calorifiques. En effet la plupart des transformations ordre-désordre se manifestent au voisinage de la température critique T_c par une rapide variation de la capacité calorifique. Cependant, en raison même de la rapidité de cette variation, ces techniques de mesure se prêtent bien à la détection d'un phénomène d'ordre, mais ne permettent pas d'en déterminer le degré.

I - 2.2 Méthodes propres aux alliages ferromagnétiques :

Les propriétés magnétiques sont très sensibles à la structure de l'échantillon. Aussi disposons-nous de nombreuses méthodes de mesures adaptées à la détermination de l'ordre : mesures d'anisotropie, d'aimantation, de perméabilité...

Les atomes étant porteurs de moments, la diffraction neutronique apporte également de précieux renseignements dans l'étude des structures.

I - 2.3 Conclusion :

Sans entrer dans le détail, il est difficile de comparer l'efficacité de ces diverses méthodes.

D'importants progrès ont été réalisés en diffraction de RX et en diffraction neutronique, ainsi que dans le développement des techniques de calcul de transformées de FOURIER grâce à l'essor des ordinateurs.

Néanmoins les mesures magnétiques sont restées les plus sensibles et pratiquement les seules capables de déterminer le faible changement de structure consécutif à l'ordre directionnel.

I - 3 INTERPRETATIONS THEORIQUES :

La variation des paramètres s et σ en fonction de la température peut être abordée grâce aux méthodes de la thermodynamique statistique, mais une telle étude se heurte à de nombreuses difficultés que nous classerons en deux groupes :

I - 3.1 Origine des interactions :

Nous avons généralement très peu d'informations sur le type d'interaction entre un atome donné et l'ensemble des atomes de l'alliage. Aussi les théories se réduisent-elles souvent à une description phénoménologique.

I - 3.2 Complexité du problème :

En l'état actuel de nos connaissances, il est hors de question de calculer la fonction de partition d'un cristal. S'il est en effet possible d'évaluer l'énergie d'un échantillon après avoir fait l'hypothèse d'une forme simple d'interaction, le calcul de l'entropie pose des problèmes considérables.

Néanmoins nous devons à certains théoriciens tels que J.YVON(4) Y.Y. LI (5), J.M. COWLEY (6) et (7), T. IWATA (8) et plus récemment M.J. RICHARDS (9), S.M. ALLEN et J.W. CAHN (10) le principe d'une méthode d'approche que nous résumons ci-dessous.

I - 3.3 Principe du calcul :

Le procédé consiste, après avoir défini la portée de l'interaction, à associer les atomes en groupements simples (paires, quadruplets, etc...)

A chaque configuration d'atomes correspond une énergie U_i ainsi qu'une valeur η_i du paramètre d'ordre considéré. Soit ensuite W_i le nombre de configurations conduisant à la même valeur η_i.

L'énergie libre est

$$F = \sum_i (U_i - kT \log W_i) \qquad (3)$$

L'état d'équilibre à une température T correspond au minimum de l'énergie libre considérée comme fonction des η_i.
La résolution du système d'équations obtenues offre de considérables difficultés (Cf. (5), (8), (10)) dès lors que s'impose la nécessité d'utiliser des paramètres d'ordre différents.

Ce principe de calcul reste évidemment valable dans le cadre de l'ordre directionnel mais rencontre de nouvelles difficultés dues à l'intervention du paramètre orientation de $\vec{J}_s$ dans les alliages qui nous préoccupent.

II-ORDRE DIRECTIONNEL DANS LES ALLIAGES FERROMAGNETIQUES

II - 1 DEFINITION :

Tels qu'ils sont définis par W.L. BRAGG et E.J. WILLIAMS, par M. BETHE ou par J.M. COWLEY, les paramètres d'ordre reflètent encore une "certaine isotropie" de configuration. En effet, seule intervient la nature des atomes occupant les différents sites. La direction de chaque liaison ne joue aucun rôle dans la description de l'état du cristal et s'il n'y a pas de propriété vectorielle associée aux atomes, il n'y a pas de direction privilégiée (le terme liaison est employé ici dans le sens géométrique de segment joignant deux atomes).

Le problème est différent dans le cas des alliages ferromagnétiques : certains atomes sont porteurs de moments magnétiques et il en résulte que l'énergie potentielle d'un atome dans le réseau dépend de l'orientation de l'aimantation J_s par rapport à la direction des liaisons.

Lorsqu'il s'agit d'un corps pur, dont la maille est bien définie, nous disons qu'il possède une anisotropie magnétocristalline ordinaire. Nous pouvons étendre cette définition au cas de l'alliage désordonné, puis au cas de l'alliage partiellement ordonné, au sens de BRAGG par exemple.

Par contre si nous tenons compte du fait que l'énergie potentielle d'un atome dépend à la fois de son entourage et de l'orientation de $\vec{J}_s$, nous assisterons, si la diffusion est possible, à un réarrangement des atomes conduisant *à une répartition anisotrope des liaisons* que nous désignons *par ordre directionnel*. Bien que très faible, la fraction des liaisons concernées est responsable d'une anisotropie uniaxiale.

Les lacunes et défauts divers jouent un rôle important dans l'établissement de cette nouvelle structure. En première approximation, leur existence ne conditionne que la cinétique d'établissement de l'ordre. Divers procédés (recuit sous champ magnétique, bombardement neutronique, etc...) peuvent conduire à cette anisotropie uniaxiale, mais quels qu'ils soient, les résultats doivent être compatibles avec les propriétés de symétrie propres à l'ensemble cristal-facteur d'orientation.

Précisons ce point dans le cas des alliages cubiques que nous avons étudiés.

II - 2 DESCRIPTION PHENOMENOLOGIQUE DE L'ORDRE DIRECTIONNEL

Les distances entre proches voisins ne dépendent pratiquement pas de la nature des atomes pour un alliage désordonné. Nous pouvons donc admettre que le réseau cristallin de celui-ci possède la même structure que si les atomes étaient identiques. En outre il a été bien établi que la déformation du réseau due à l'ordre directionnel est très faible. Dans de telles conditions, SLONCZEWSKI (11) fait remarquer que l'anisotropie uniaxiale obtenue par recuit sous champ magnétique ou par traction mécanique obéit aux mêmes lois de symétrie.

Néanmoins, nous présenterons cette théorie phénoménologique dans le cadre d'expériences réalisées sous champ magnétique.

A l'échelle macroscopique, et dans chaque domaine de WEISS, les propriétés du cristal sont liées essentiellement à la répartition des liaisons et à l'aimantation globale $\vec{J}_s$.

Désignons par $\vec{\alpha}'$ le vecteur unitaire parallèle à $\vec{J}_s$ et de même sens, à une température T' où la diffusion a lieu. Lorsque l'équilibre thermodynamique est atteint, supposons qu'une trempe stoppe instantanément toute migration d'atomes et conserve la structure obtenue dans cet état métastable. Observons les propriétés du cristal à une

température T à laquelle la diffusion est impossible et soit alors $\vec{\alpha}$ le vecteur unitaire repérant la direction de $\vec{J}_s$.

Choisissons pour trièdre de référence celui constitué par les axes de symétrie quaternaire du réseau de l'alliage dans l'état désordonné. L'énergie du cristal peut être à priori décomposée en trois termes, fonctions des cosinus directeurs α_i et α'_i :

- Le premier ne dépendant que des α_i, donc indépendant du traitement. Il correspond à l'énergie d'anisotropie magnétocristalline ordinaire.

- Le second fonction des α'_i exclusivement. Il est donc inaccessible à l'observation et ne présente donc pas d'intérêt pour nos expériences.

- Le troisième terme qui dépend <u>à la fois</u> des α_i et α'_i et que nous appelons énergie uniaxiale induite E_u.

Il est clair que le résultat de notre observation doit être le même si le couple $\left|\begin{matrix}\vec{\alpha}\\ \vec{\alpha}'\end{matrix}\right|$ occupe des positions homologues par rapport au trièdre choisi. Par ailleurs, tout changement de sens de $\vec{J}_s$, pour $\vec{\alpha}$ ou $\vec{\alpha}'$ donné, ne modifie aucune interaction. Il en résulte que les premiers termes du développement de E_u sont :

$$E_u(\vec{\alpha},\vec{\alpha}') = -F \sum_i \alpha_i^2 \alpha_i'^2 - G \sum_{i\neq j} \alpha_i \alpha_j \alpha'_i \alpha'_j \qquad (4)$$

F et G étant, à priori, fonctions de T, T', et de la nature de l'alliage. Cette expression appelle un certain nombre de remarques :

- *Première remarque* :

Les termes suivants du développement sont du type $\sum_i \alpha_i^2 \alpha_i'^2$ et $\sum_{i\neq j} \alpha_i^2 \alpha_j^2 \alpha_i'^2 \alpha_j'^2$, etc... Nous n'en tiendrons pas compte car les résultats expérimentaux ultérieurs montrent qu'ils sont négligeables.

- *Deuxième remarque* :

Les coefficients F et G sont en général positifs :

En effet, à la suite d'un traitement suivant la direction <100>, effectuons la mesure suivant <010>, nous trouvons :

$$E_{u_1}(\langle 100\rangle,\langle 010\rangle) = 0 \qquad (5)$$

Si nous effectuons alors un traitement suivant <010>, la diffusion a lieu et

$$E_{u_2}(\langle 010\rangle,\langle 010\rangle) = -F \qquad (6)$$

Comme il y a nécessairement diminution de l'énergie libre,

$$F > 0$$

De même, si nous effectuons deux traitements consécutifs suivant <111> et <1$\bar{1}$1> nous en déduisons que G est positif car :

$$E_{u_2}(\langle 1\bar{1}1\rangle,\langle 1\bar{1}\bar{1}\rangle) - E_{u_1}(\langle 111\rangle,\langle 1\bar{1}1\rangle) = -\frac{2G}{9} \qquad (7)$$

Donc F et G sont positifs à T = T' et il est assez peu fréquent qu'il y ait un changement de signe de l'énergie d'interaction lorsque la température varie.

- *Troisième remarque* :

L'expérience doit nous permettre de déterminer F et G. Mais au-delà de la variation thermique ou de l'évolution en fonction de la nature de l'alliage de ces coefficients s'impose la nécessité de modèles théoriques permettant d'interpréter les résultats et de préciser par conséquent la nature et la portée des interactions.

II - 3 LES THEORIES DE PAIRES :

II - 3.1 Formulation générale :

Une première approche de la théorie générale de l'ordre directionnel a été effectuée par L.NEEL (12) sur la base d'un développement phénoménologique de l'énergie d'interaction en fonction de l'orientation de $\vec{J}_s$ par rapport à chaque liaison considérée. En se limitant aux proches voisins et au premier terme du développement, la permutation de deux atomes A et B à la température T' modifie l'énergie d'une liaison d'orientation $\vec{\beta}$ faisant l'angle ϕ avec $\vec{J}_s$ de la quantité :

$$w' = l'(\cos^2\varphi - \frac{1}{3}) \qquad (8)$$

A une température T, l'énergie mesurée est

$$E = \sum_{\vec{\beta}_i} C_i\, w_i(T,\vec{\alpha}) \qquad (9)$$

C_i étant le nombre de liaisons B-B caractérisées par le vecteur unitaire $\vec{\beta}_i$ et w_i l'énergie correspondant à une permutation effectuée à

la température T.

Comme l'énergie $w_i'(T', \vec{\alpha}')$ est faible devant kT', la probabilité $\varpi_i(\vec{\alpha}')$ pour que la liaison considérée possède l'orientation $\vec{\beta}_i$ est

$$\bar{\omega}_i(\vec{\alpha}') = \frac{\exp.(-\frac{w_i'}{kT'})}{\sum_{i=1}^{i=n} \exp.(-\frac{w_i'}{kT'})} \qquad (10)$$

soit au premier ordre du développement de cette expression :

$$\bar{\omega}_i(\vec{\alpha}') \simeq \frac{1}{n}(1 - \frac{w_i'}{kT'}) \qquad (11)$$

n étant le nombre de proches voisins.

Tous calculs effectués, l'expression (9) conduit alors aux relations suivantes pour F et G, en l'absence d'ordre ordinaire :

	Structure c.c.	Structure c.f.c
F	0	$\frac{1}{24} nN c_A^2 c_B^2 \frac{ll'}{kT'}$
G	$\frac{2}{9} nN c_A^2 c_B^2 \frac{ll'}{kT'}$	$\frac{1}{6} nN c_A^2 c_B^2 \frac{ll'}{kT'}$

où C_A, C_B sont les concentrations des atomes A et B, N le nombre de sites, l' le coefficient d'interaction défini en (8) à la température T' et l le coefficient correspondant à la température T.

Nous ferons deux remarques relatives à ces expressions :

- d'une part, nous avons omis volontairement le cas de l'existence d'ordre ordinaire qui a été envisagée dans le mémoire (12) de manière à ne garder que les formules les plus simples.

- d'autre part, il est clair que la valeur du rapport $\frac{G}{F}$ (égal à 4 et indépendant de T et T' pour une structure c.f.c. dans le modèle de

L. NEEL) est étroitement liée aux hypothèses de calcul initiales, à savoir la portée et le type de couplage considéré.

C'est ainsi que tout en conservant la symétrie de la relation (4) et en limitant l'interaction aux proches voisins, un couplage quadratique plus général du type

$$w_i = \sum_{i \neq j} a_{ij}\, \alpha_i\, \alpha_j \qquad (12)$$

conduit dans le cas d'une structure c.f.c. à

$$\frac{G}{F} = 4\, \frac{[a_{11}(T) - a_{22}(T)]}{[a_{11}(T) + a_{22}(T)]} \cdot \frac{[a_{11}(T') - a_{22}(T')]}{[a_{11}(T') + a_{22}(T')]} \qquad (13)$$

montrant que l'énergie induite ne se présente pas nécessairement comme le produit de deux fonctions f(T) et g(T') qui ne dépendent respectivement que de T et T'.

II - 3.2 Modèle d'interaction pseudo-dipolaire :

S. TANIGUCHI et M. YAMAMOTO (13) ont adopté également le modèle de paires proches voisins, mais supposé en outre que la partie anisotrope de l'hamiltonien d'interaction entre deux atomes p et q peut s'écrire sous la forme :

$$H^{pq} = \sum_{ij} A_{ij}^{pq}\, S_i^p\, S_j^q \qquad (14)$$

où S_i^p et S_j^q sont les composantes des spins des atomes considérés suivant le trièdre de référence.

Si les corrélations entre les orientations des spins sont négligées, alors l'énergie du cristal ne fait intervenir que les valeurs moyennes $\langle S_i^p \rangle$, $\langle S_j^q \rangle$ qui sont proportionnelles à l'aimantation M. Par conséquent, avec le modèle pseudodipolaire,

$$F = \frac{\lambda}{12}\, \frac{N}{kT'}\, M^2(T).M^2(T') \qquad (15)$$

$$G = \frac{\lambda}{3}\, \frac{N}{kT'}\, M^2(T).M^2(T') \qquad (16)$$

λ étant un coefficient de normalisation.

Dans le cas d'une forte corrélation, le calcul conduirait

alors à une énergie d'anisotropie induite proportionnelle à $\frac{1}{T'} M^3(T).M^3(T')$

II - 4 LES METHODES D'ETUDE DE L'ORDRE DIRECTIONNEL :

II - 4.1 Rappels bibliographiques :

Les techniques expérimentales peuvent être classées en deux groupes :

a) Celles qui font appel à la cinétique de diffusion. On observe alors la modification d'une propriété pendant la phase même du traitement.

b) Celles qui utilisent le procédé de trempe. Le cristal est alors dans un état métastable dont l'étude a lieu à une température suffisamment basse pour que la diffusion soit négligeable pendant la durée des mesures.

II - 4.1.1. Traînage magnétique :

L'idée directrice est la suivante :

A la faveur de l'agitation thermique, la migration des atomes s'effectue de manière à minimiser l'énergie d'un échantillon en présence d'aimantation spontanée. Inversement, pour une distribution donnée des liaisons, l'aimantation doit évoluer de sorte que l'énergie libre atteigne un minimum. Il en résulte que chaque paroi de BLOCH séparant deux domaines de WEISS est soumise à une pression de la part du réseau ferromagnétique, pression P(u,t) qui varie avec le temps et, simultanément, conditionne le déplacement u(t) de la paroi.

Il est très important ici de faire remarquer l'étroite corrélation entre cette pression P(u,t), le déplacement u(t) et la migration des atomes.

Sous l'effet d'un champ appliqué $\vec{H}$, l'aimantation de l'échantillon considéré évolue jusqu'à ce que la répartition des liaisons corresponde à l'état stabilisé, état d'équilibre thermodynamique. La relation entre l'induction magnétique $\vec{B}_{(t)}$ et le champ appliqué $\vec{H}$ peut être interprétée soit par la considération d'un champ de traînage $\vec{h}_{(t)}$, soit par la variation de la perméabilité. Diverses variantes expérimentales ont été utilisées, aussi n'avons nous retenu des nombreuses publications que celles relatives aux travaux de H. PENDER et

R.L. JONES (14), P. BRISSONNEAU et P. MOSER (14 à 17) A.FERRO, P.MAZZETTI et G. MONTALENTI (18).

II - 4.1.2. Frottement interne (ou encore relaxation ZENER)

Il s'agit ici d'un autre aspect de l'ordre directionnel.

La diffusion des atomes au cours d'un recuit sous tension se traduit par une modification des constantes élastiques du matériau et l'apparition d'une déformation anélastique. Celle-ci évolue tant que la surstructure d'orientation n'est pas totalement établie. La théorie du frottement interne a été développée par ZENER (19), LE CLAIRE et LOMER(20) mais un calcul plus général de E.T. FERGUSON (21) permet de retrouver les théories de LE CLAIRE et LOMER et de L. NEEL (12). Une intéressante comparaison entre les résultats de mesure de traînage magnétique et de relaxation ZENER effectuées par BOESANO et ses collaborateurs (22) sur des alliages fer-silicium nous est donnée par P.E. BROMMER et H.A. T'HOOFT (23).

II - 4.1.3. Méthodes utilisant l'échantillon dans un état métastable :

Nous détaillerons plus longuement au chapitre II notre technique expérimentale. Notons seulement ici que l'étude de l'anisotropie uniaxiale peut être abordée de diverses manières :

Ainsi R. VERGNE (24) a déterminé l'ordre directionnel induit par traitement sous tension dans les alliages fer-nickel et nickel-cobalt par des mesures d'aimantation. En particulier l'alliage Fe-Ni équiatomique a fait l'objet de nombreux travaux de la part notamment de J. PAULEVE et ses collaborateurs, (25 - 26 - 27) utilisant les propriétés du bombardement neutronique. La littérature montre toutefois une nette prédominance des mesures de couple d'anisotropie sur des alliages très divers. Nous noterons plus particulièrement les travaux de E.T.FERGUSON(21) de K. AOYAGI (28) et de W. CHAMBRON (29) qui ont souvent servi de guide à notre travail.

Par contre il ne semble pas que des mesures de résonance ferromagnétique soient adaptées à la détermination de l'ordre directionnel, bien que la méthode soit très utilisée pour l'étude de l'anisotropie ordinaire des métaux et alliages. La cause réside vraisemblablement dans la nécessité de très nombreuses corrections dues aux imperfections de structure et à l'atténuation de l'onde au cours de sa pénétration à l'intérieur de l'échantillon ainsi que l'indiquent J.J.M. FRANSE (30)

et H.W DE WIJN et J.J.M. FRANSE (31). Même dans le cas des ferrites, il semble bien que la préférence soit donnée aux mesures de couples d'anisotropie.

III-INTERET DE L'ETUDE DE L'ORDRE DIRECTIONNEL

III - 1 INTERET THEORIQUE :

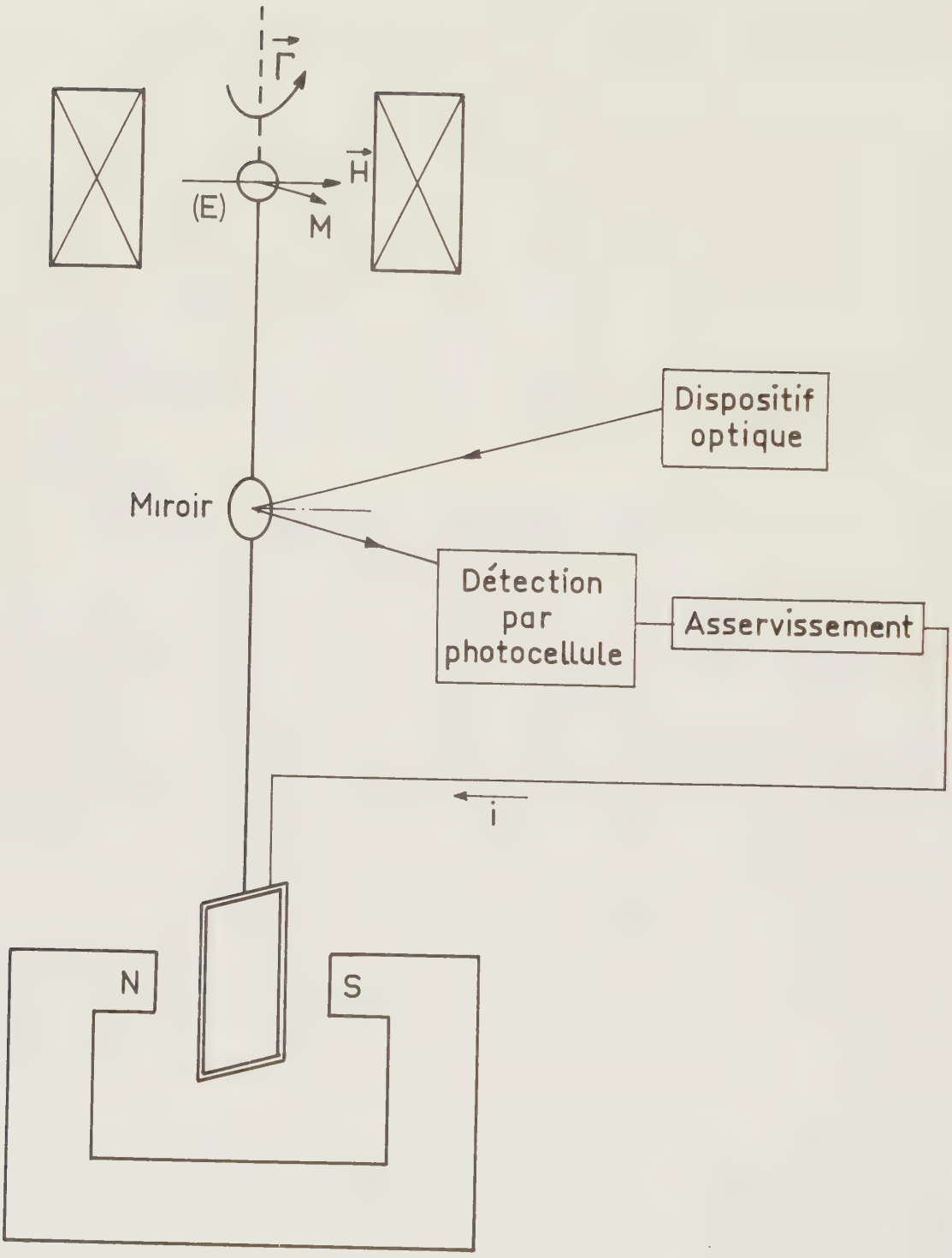
L'étude de l'ordre directionnel est essentiellement une méthode d'approche des divers mécanismes qui président à l'établissement de structures nouvelles. Ainsi que nous l'avons indiqué, nous avons assez peu d'information sur la nature de l'interaction entre atomes, mais nous avons aussi assez peu de moyens d'accès à cette interaction. Et c'est en ce sens que l'étude de l'ordre directionnel par le biais de la modification des propriétés est plus importante que la seule connaissance de la topographie précise d'un matériau telle que nous la révèle la cristallographie aux rayons X par exemple.

En outre l'étude sur monocristal fournit des renseignements plus précis que s'il s'agit d'un échantillon polycristallin. Toutes les propriétés d'un polycristal résultent en effet de moyennes. La symétrie sphérique à l'échelle macroscopique impose à l'énergie d'anisotropie uniaxiale de ne dépendre que du produit scalaire $\vec{\alpha}.\vec{\alpha}'$ (ce qui conduit à l'expression (4) avec G = 2F). Il apparait alors très difficile d'utiliser des études sur polycristaux comme point de départ de nouvelles théories ou comme test de théories existantes. Il est par exemple impossible d'envisager séparément le rôle des premiers voisins, seconds voisins etc... Enfin la présence de joints de grains n'est pas pour simplifier le problème déjà complexe de la cinétique d'établissement de l'ordre.

III - 2 INTERET PRATIQUE :

L'intérêt pratique est celui de la recherche et de la découverte de nouvelles propriétés et relève essentiellement de la physique des matériaux. Il est important de pouvoir modifier les propriétés d'un échantillon ou au contraire détecter une altération de ces propriétés, même lorsque la cause n'est pas parfaitement élucidée. En particulier les techniques de mesure de l'ordre directionnel, d'une sensibilité souvent extraordinaire, complètent heureusement les autres moyens dont nous disposons. Citons par exemple la contribution apportée par P. MOSER et D. DAUTREPPE (32), D. DAUTREPPE (33), R. BRUSETTI et W. CHAMBRON (34) à l'étude des divers défauts existant à l'intérieur d'un échantillon, domaine longtemps réservé à la seule technique de mesure de résistivité.

Fig : 1


Γ
H
(E)
M
Dispositif optique
Miroir
Détection par photocellule
Asservissement
i
N
S

CHAPITRE II

METHODE EXPERIMENTALE

I-APPAREILLAGE

I - 1 LA BALANCE DE TORSION :

Les mesures d'anisotropie sont effectuées avec la balance de torsion élaborée et mise au point par G. AUBERT et décrite en (35). Nous rappellerons seulement le principe de son fonctionnement (fig. 1) :

L'échantillon (E) est fixé à la partie supérieure de l'appareil mobile autour d'un axe vertical et soumis au champ $\vec{H}$ horizontal d'un électroaimant susceptible de tourner autour de cet axe. Dans ces conditions, il exerce un couple $\vec{\Gamma} = \vec{M} \wedge \vec{H}$ sur l'équipage mobile. Celui-ci est maintenu dans une position fixe par l'intermédiaire d'un dispositif du type galvanomètre à cadre mobile dont le courant est fourni par un système électronique d'asservissement à détection optique. Le courant d'asservissement est donc proportionnel à la mesure algébrique du couple $\vec{\Gamma}$ suivant l'axe de l'appareil. Il est mesuré par une méthode potentiométrique pour chaque position de l'électroaimant.

La stabilité de l'ensemble assure une reproductibilité dans les mesures indépendante du couple mesuré. Il en résulte une imprécision absolue sur chaque mesure de l'ordre du dix-millième du couple maximum admissible et due essentiellement aux vibrations résiduelles du laboratoire. Ce couple maximum est de 3.10^5 dynes-cm.

I - 2 L'ELECTROAIMANT :

L'électroaimant nous permet de disposer d'un champ maximum de 13 000 gauss. Sa rotation est repérée au moyen de 36 miroirs réglables indépendamment, répartis sur une couronne extérieure, qui permettent de le positionner de 10° en 10° à 6" près.

I - 3 LES ECHANTILLONS :

Les monocristaux utilisés sont des sphères de 8 à 9 mm de diamètre. Leur fixation dans le porte-échantillon a été étudiée de telle sorte que les contraintes soient faibles et possèdent une symétrie de révolution autour de l'axe de l'appareil. Leur orientation aux rayons X permet de faire coïncider cet axe avec une direction de symétrie cristallographique, avec une précision de l'ordre de 20'.

I - 4 - LE FOUR :

L'échantillon est placé au centre d'un four pouvant atteindre 1100° K dont la température est régulée à 0,1° K dans l'intervalle 400°K - 800°K des divers traitements et mesures. Cette régulation s'est révélée indispensable dans la mesure où une variation de 1°C entraîne une variation d'énergie d'anisotropie ordinaire de 400 ergs/cm^3 par exemple dans les alliages fer-silicium utilisés. C'est pourquoi notre four est refroidi par une circulation d'eau provenant d'un thermostat à liquide, pour les mesures effectuées à la température ambiante.

L'ensemble est équipé d'un dispositif permettant d'effectuer des trempes à hélium sous pression. Cependant, la position de l'échantillon à l'intérieur du four et son encombrement limitent les conditions de refroidissement : la pression d'hélium en cours de trempe ne peut dépasser 1,5 atmosphères. Il en résulte une décroissance de température de l'ordre de 200°C par minute au voisinage de 600°C.

II - TRAITEMENTS THERMIQUES

II - 1 RECHERCHE D'UN ETAT DE REFERENCE :

II - 1.1 Position du problème :

Dans les alliages ferromagnétiques, il est maintenant bien établi que c'est l'aimantation qui est responsable de l'ordre directionnel. Par conséquent, si nous ne prenons pas de précautions opératoires, il existe déjà une surstructure d'orientation à l'intérieur de chaque domaine de WEISS, induite au cours même de la fabrication de l'échantillon. Compte tenu de la répartition de ces domaines, il subsiste une anisotropie uniaxiale résiduelle. Celle-ci correspond à un couple qui, dans une première analyse, s'identifie à un couple parasite. Il est

donc nécessaire, avant de procéder aux réglages fins de centrage qui précèdent un cycle de manipulations de réduire le degré d'ordre directionnel.

II - 1.2 Difficultés rencontrées :

Il suffit, en principe, de porter l'échantillon à une température supérieure au point de Curie et de le refroidir très rapidement, de sorte que la migration des atomes n'ait pas le temps de s'effectuer de manière appréciable. Or les premières expériences de trempe réalisées sur des alliages fer-silicium conduisaient à une dispersion en énergie de l'ordre de 150 à 200 ergs/cm^3, donc tout à fait inacceptable puisque du même ordre de grandeur que l'anisotropie induite cherchée. Nous disposions en effet de résultats obtenus avec des polycristaux au cours d'une étude préliminaire effectuée par R. PARDINA (36).

Nous pensons que cette dispersion doit être attribuée à une décroissance trop lente de la température, mais la fragilité de notre appareillage ne permet pas une trempe plus rapide. Il eût été souhaitable de procéder aux divers traitements en dehors de la balance de torsion, mais nous étions tenus, au contraire, d'éviter tout transfert d'un appareil à un autre. En effet, les erreurs introduites par des positionnements successifs conduisent aisément à une imprécision supérieure à ces 200 ergs/cm^3.

Nous avons donc décidé de rechercher un état de référence ayant une meilleure reproductibilité en procédant de la manière suivante.

- L'échantillon, porté à une température T' à laquelle les constantes de temps de diffusion sont faibles, est rendu monodomaine par application d'un champ magnétique de 12 000 oersteds.

- l'électroaimant est mis en rotation rapide (2 tours par minute) Ainsi la direction de $\vec{J}_s$ balaie tout le plan horizontal qui est aussi, rappelons-le, un plan de symétrie cristallographique.

- Au cours de cette rotation, on effectue une descente lente en température (environ 100°C par heure)

L'irreproductibilité de l'état obtenu se manifeste par une dispersion inférieure à 50 ergs/cm^3.

Cette technique présente pour nous deux avantages :

- d'une part, l'échantillon ne subit aucune modification de position au cours de tout un cycle de traitements et mesures.

- d'autre part, nous évitons d'atteindre une zone où la diffusion est extrêmement rapide, ce qui est le cas pour des alliages dont le point de Curie est élevé.

Nous devons ici insister sur un point qui a longtemps échappé à notre attention, et ce jusqu'à la réalisation d'expériences avec l'alliage nickel-cobalt équiatomique. L'idée initiale était en effet d'obtenir par ce refroidissement lent en champ tournant un état de référence d'une part plus reproductible que celui obtenu par trempe rapide, parce qu'il est beaucoup plus facile de contrôler une décroissance lente de température, et d'autre part possédant une anisotropie résiduelle induite voisine de zéro par suite de l'effet de moyenne produit par la rotation continue de la direction de $\vec{J}_s$. Ce résultat a été atteint sans ambiguité pour les alliages de fer-silicium et de NiCo 79-21 Par contre, les échantillons de Ni Co 50-50 ont toujours présenté une forte anisotropie résiduelle, ce qui nous a conduit à réaliser une étude parallèle au Service de Physique du Solide du Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble qui dispose d'un appareillage dans lequel les conditions de trempe sont différentes. Nous reviendrons sur la discussion de ce problème au chapitre III.

II - 1.3 Conclusion :

Il nous semble, aujourd'hui seulement, que la recherche d'un état de référence reproductible ne soit pas vraiment fondamentale et qu'on puisse se contenter d'une suite de traitements de mise en ordre suivant certaines directions cristallographiques. Toutefois, ce problème s'est imposé au début de cette étude en raison de la faible valeur de l'énergie induite par rapport à l'énergie magnétocristalline des alliages de fer-silicium. L'importance de cette difficulté est particulièrement évidente si l'on examine les résultats obtenus par K. AOYAGI (28) avec les alliages Ni-Co : en effet les corrections apportées par cet auteur aux données expérimentales sont du même ordre de grandeur que la mesure elle-même.

II - 2 TRAITEMENTS THERMOMAGNETIQUES DE MISE EN ORDRE :

Pour mémoire, nous rappellerons le déroulement des deux phases d'un traitement de mise en ordre :

- *première phase* : recuit de durée suffisante, le champ magnétique étant fixé en grandeur et direction. L'échantillon, monodomaine, reste à tem-

pérature constante T'.

- *deuxième phase* : refroidissement rapide, sous champ, par un jet d'hélium sous pression. La décroissance de la température ne peut dépasser 200°C par minute pour les raisons déjà signalées de fragilité d'appareillage.

Cette vitesse de trempe peut sembler très insuffisante, et c'est pourquoi nous avons envisagé un complément d'étude dynamique exposé au chapitre IV ainsi qu'un contrôle sur un appareillage à trempe rapide aimablement mis à notre disposition par le Laboratoire de Physique du Solide du Centre d'Etudes nucléaires de Grenoble.

III-EXPLOITATION DES MESURES DE COUPLE

III - 1 RAPPELS THEORIQUES :

Nous avons choisi pour plans de traitement et de mesure les plans (100) et (110). Dans ces conditions, au cours de la rotation de l'électroaimant, les directions du champ appliqué $\vec{H}$ et du moment magnétique $\vec{M}$ de l'échantillon restent dans le plan horizontal.

Le couple d'anisotropie $\vec{\Gamma} = \vec{M} \wedge \vec{H}$ est porté par la verticale Oz (Cf. figure 2).

Choisissons pour direction de référence celle d'un axe quaternaire du plan horizontal et soient Θ et ϕ les angles polaires respectifs de $\vec{M}$ et $\vec{H}$.

L'énergie d'anisotropie peut être développée en fonction des harmoniques paires de Θ et la relation

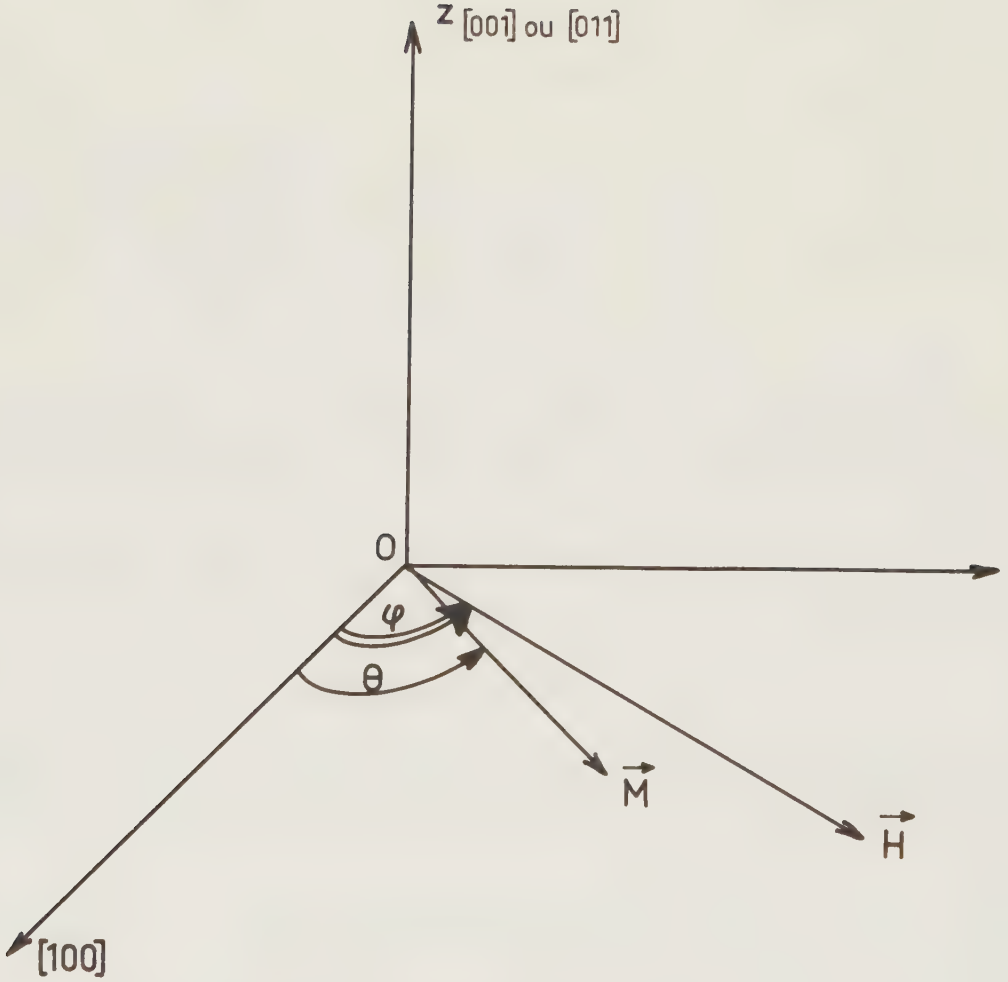
$$\Gamma_z(\Theta) = \Gamma_z(\varphi) = MH \sin(\Theta - \varphi) \qquad (17)$$

permet théoriquement de trouver la fonction $\Theta(\phi)$. En première approximation, le module de M est constant et il est alors facile de déterminer Θ pour toute valeur de ϕ :

$$\Theta - \varphi = \text{Arc sin.} \frac{\Gamma(\varphi)}{MH} \qquad (18)$$

La donnée de $\Gamma(\phi)$ pour 36 positions équidistantes ϕ_1, ϕ_2,... ϕ_{36} permet de trouver les coefficients des harmoniques d'ordre n inférieur ou égal à 18 :

Fig: 2



$$\Gamma(\varphi) = \sum_{n=0}^{n=18} (a_n \cos n\varphi + b_n \sin n\varphi) \qquad (19)$$

L'expérience montre, pour nos alliages, que les coefficients a_n et b_n sont négligeables à partir de n = 6. Il est donc raisonnable de penser que le développement de FOURIER de $\Gamma(\phi)$ ne contient pas d'harmonique significatif d'ordre supérieur à n = 18.

Par conséquent le couple $\Gamma(\theta)$ peut être déterminé pour autant de valeurs de θ qu'on le désire. Ce calcul est effectué sur ordinateur et celui-ci fournit alors les coefficients a'_n et b'_n du développement de $\Gamma(\theta)$:

$$\Gamma(\theta) = \sum_{n=0}^{n=18} (a'_n \cos n\theta + b'_n \sin n\theta) \qquad (20)$$

L'expérience montre que les seuls harmoniques significatifs sont ceux d'ordre n = 2 et 4.

III - 2 APPLICATION SPECIFIQUE A LA DETERMINATION DE L'ORDRE DIRECTIONNEL :

Si nous nous limitons dans le développement de l'énergie d'anisotropie induite à l'expression (4) du premier chapitre, le couple dû à l'ordre directionnel n'est repérable que par les coefficients a'_2 et b'_2. Mais ces coefficients sont altérés par la présence de couples "parasites" dont les origines sont multiples :

a) Contribution due à l'imprécision de l'orientation de l'échantillon

Lorsque l'axe de la balance ne coïncide pas exactement avec l'axe cristallographique binaire ou quaternaire, mais s'en écarte d'un petit angle ζ, le couple d'anisotropie magnétocristalline est légèrement modifié. G. AUBERT a donné en (35) les expressions correspondantes moyennant une excellente approximation. La variation relative est de l'ordre de ζ^2.

Par conséquent une imprécision ζ de 20' environ, qui correspond à l'optimum de nos possibilités, entraîne une altération du couple en 2θ de l'ordre de $4.10^{-5} K_1$, mais comme l'énergie induite ne représente guère pour les fer-silicium que le millième de l'énergie magnéto

cristalline, cela conduit à une indétermination de 4 % au moins pour une mesure, et bien davantage si l'échantillon doit être transféré plusieurs fois d'un appareil à un autre. Le remède à cette situation peut être trouvé en apportant encore plus de soin à l'orientation.

b) Contribution due aux divers décentrages :

Les couples correspondants altèrent de manière comparable les coefficients a_2' , b_2' et a_1' , b_1' . Or, en dépit de multiples réglages, pour une mise en place de l'échantillon, il n'a pas été possible dans certains cas, de réduire ces couples à moins du millième des termes en sin 4θ. Ils restent donc du même ordre de grandeur que la variation due à l'ordre directionnel dans les fer-silicium et ils ne peuvent être éliminés que par différence entre des mesures correspondant à des réglages identiques.

III - 3 CONCLUSION :

Le discussion précédente justifie clairement la nécessité de procéder aux divers traitements avec l'échantillon positionné de manière définitive dans la balance.

La variation des coefficients a_2' et b_2' peut alors être attribuée à deux causes :

- d'une part les traitements thermomagnétiques effectués.
- d'autre part une faible modification de la température à laquelle ont lieu les mesures de couple. Il est possible dans ce cas de corriger le résultat. A titre d'exemple, examinons la situation lorsque le plan de mesure est le plan (110).

En l'absence d'ordre induit,

$$b_2' = \frac{K_1'}{4} \qquad (21)$$

$$b_4' = \frac{3K_1'}{8} \qquad (22)$$

lorsque K_2' , K_3' ... sont négligeables. Toute variation de température entraîne une variation de b_2' et b_4' telle que

$$\Delta b_2' = \frac{2}{3} \Delta b_4' \qquad (23)$$

L'expérience montre que la variation de $b_4^!$ est due principalement à la différence de température entre deux manipulations. En d'autres termes, l'anisotropie magnétocristalline est un meilleur "thermomètre" que la thermosonde à résistance de platine de notre four.

En présence d'ordre induit, $b_2^!$ et $b_4^!$ ont des expressions plus compliquées, mais comme l'énergie induite a une variation thermique plus faible que l'énergie magnétocristalline, la correction reste valable.

Il va sans dire que toutes ces précautions étaient impératives essentiellement dans le cas des fer-silicium.

CHAPITRE III

RESULTATS EXPERIMENTAUX

Les motivations qui nous ont guidé dans le choix des échantillons à étudier ont évolué au cours de ce travail sous l'influence des résultats obtenus. Aussi nous a-t-il semblé préférable de présenter ces résultats en suivant un ordre chronologique.

Nous rappellerons cependant qu'avant d'envisager cette étude de l'ordre directionnel par mesure de couples, nous avions entrepris la construction d'un fluxmètre électronique pour l'étudier en relation avec le traînage magnétique. A ce moment là, la technique électronique était encore fort loin des possibilités actuelles, et après des essais sur un échantillon de fer-cobalt déjà étudié par mesure de couple par E.T. FERGUSON (21), nous avons abandonné cette méthode.

La réalisation d'un fluxmètre électronique de performances suffisantes pour aborder ce genre de problème a été mené à bien plus récemment par R. VERGNE et J.L. PORTESEIL (37).

I - ALLIAGES FER. SILICIUM

A. Alliage Fe Si 5,75 %

A - I - 1 CHOIX DE L'ALLIAGE :

La balance de G. AUBERT (35) était initialement destinée à l'étude de l'anisotropie uniaxiale induite par traitement thermomagnétique dans les monocristaux. Cependant G. AUBERT s'était jusqu'à présent consacré à des études d'anisotropie magnétocristalline.

Aussi, afin de tester les possibilités de cet appareillage pour les études d'ordre directionnel, nous avons choisi d'utiliser les alliages fer-silicium. Ils constituent en effet un cas extrême dans lequel les énergies induites sont très faibles par rapport à l'énergie magnétocristalline. D'autre part nous possédions pour ces alliages les

résultats d'une étude préliminaire sur des polycristaux (36) et enfin, il était intéressant de comparer les valeurs de F et G que nous pouvions mesurer avec celles déduites par P. BRISSONNEAU (38) de mesures de champ de traînage.

Les alliages FeSi présentent des phénomènes d'ordre caractérisés par l'apparition aux rayons X de raies de surstructure lorsque la concentration en silicium est supérieure à 6,5 % en masse (soit 12 % atomique). En dessous de cette concentration, ils présentent les caractères d'une solution solide régulière. Notre choix s'est donc porté sur un alliage à 5,75 % en masse (soit 10,8 % atomique) pour lequel nous étions certains d'être encore dans le domaine de la solution solide de tout en espérant un ordre directionnel relativement important.

A - I - 2 TRAITEMENTS THERMOMAGNETIQUES :

Les traitements thermomagnétiques suivis de trempe ont été effectués à 450°C, le champ magnétique étant appliqué suivant diverses directions dans le plan (100) pendant un temps suffisamment long pour que l'équilibre soit atteint. Les mesures de couple s'effectuent également dans ce plan aux températures de 20°C, 100°C, 200°C et 300°C environ.

Bien que l'énergie magnétocristalline soit importante (environ 200 000 ergs/cm^3), le choix de ce plan permet en principe d'attribuer les valeurs de a_2' et b_2' à l'existence d'ordre induit. En réalité, ainsi que nous l'avons déjà indiqué, ces coefficients sont entachés d'erreurs dues par exemple aux décentrages, à l'imprécision de l'orientation... Nous avons déjà insisté sur la nécessité de procéder aux traitements et mesures avec l'échantillon en place.

A - I - 3 RESULTATS RELATIFS A L'ORDRE DIRECTIONNEL :

I - 3.1 Données expérimentales :

Nous avons estimé que, au même titre que a_1' et b_1', les coefficients a_2' et b_2' étaient altérés par un couple parasite relativement constant au cours de la suite des manipulations.

Avec cette hypothèse, Θ' repérant la direction de $\vec{J}_s$ par rapport à l'axe <100> au cours du traitement, nous aurons, dans ce plan :

$$a_2' = A - \frac{G}{2} \sin 2\Theta' \qquad (24)$$

$$b'_2 = B + F\cos 2\theta' \qquad (25)$$

A et B sont, à une température donnée, les contributions du couple parasite.

En portant sur un graphique (fig.3) les valeurs de a'_2 et b'_2 respectivement en fonction de sin2θ' et cos 2θ', nous testons en quelque sorte la validité de cette hypothèse puisque les points obtenus sont sensiblement alignés.

Les mesures effectuées à la température ambiante permettent d'attribuer à F et G les valeurs suivantes :

$$F = 560 \text{ ergs/cm}^3$$
$$G = 600 \text{ ergs/cm}^3.$$

La même procédure a été utilisée pour la détermination de F et G aux températures de 100°C, 200°C et 300°C correspondant aux mêmes traitements thermomagnétiques.

I - 3.2 Discussion relative à ces résultats :

I - 3.2.1 Comparaison avec les résultats antérieurs :

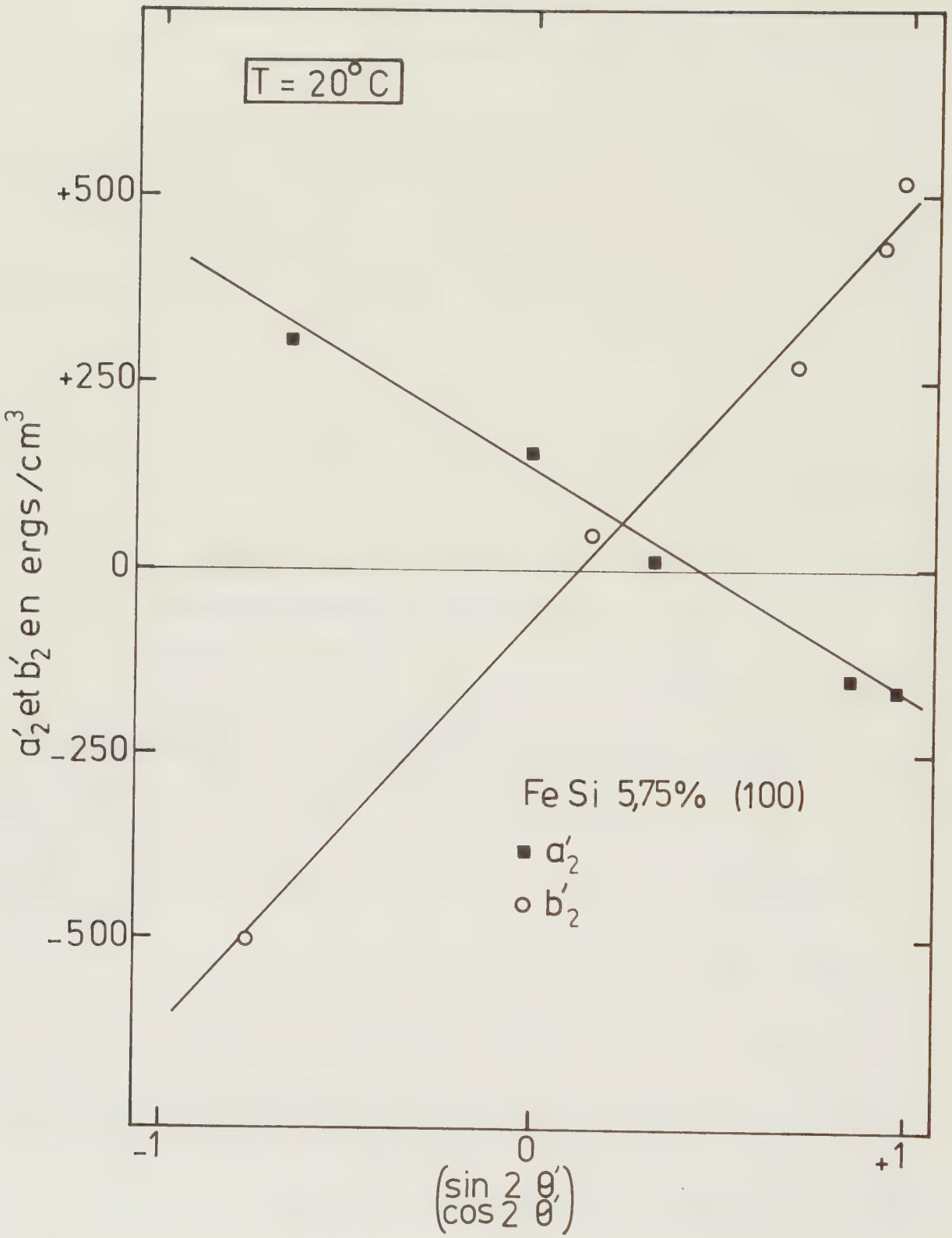
Nos résultats sont assez différents de ceux obtenus au cours de travaux antérieurs.

Ainsi la valeur du champ de traînage mesuré par P. BRISSONNEAU (38) permettait d'attribuer à G la valeur de 100 ergs/cm^3 avec un rapport $\frac{G}{F}$ de l'ordre de 8,7 pour un échantillon Fe Si 3,25 % à la température de 417°C.

Les mesures de relaxation ZENER effectuées par P.E.BROMMER et H.A.T'HOOFT (23) sur un alliage FeSi à 3,9 % conduisent à F ≃ 140 ergs/cm^3 et G ≃ 250 ergs/cm^3 à 400°C dans le plan (100).

Si nous tenons compte du facteur concentration, nous devons trouver environ 3 fois plus que P. BRISSONNEAU et environ 2 fois plus que P.E.BROMMER et H.A. T'HOOFT. La correction de température est plus incertaine encore. Cependant, aucune de ces corrections ne peut expliquer le désaccord pour le rapport $\frac{G}{F}$. On peut considérer que la valeur obtenue par nos mesures est plus sûre que celle provenant de l'interprétation des expériences de traînage : elle se déduit en effet beaucoup plus directement de résultats expérimentaux.

fig 3


T = 20°C
+500
+250
0
-250
-500
a'_2 et b'_2 en ergs/cm^3
Fe Si 5,75% (100)
■ a'_2
○ b'_2
-1
0
+1
(sin 2 θ′ / cos 2 θ′)

I - 3.2.2 Comparaison avec les théories de paires :

I - 3.2.2.1 Rôle des premiers et seconds voisins :

Nous avons déjà signalé que les théories de paires proches voisins conduisaient à F = 0 pour une structure cubique centrée. La contribution des seconds voisins seulement conduit à G = 0.

Nos résultats conduisent donc à une égale contribution des premiers et seconds voisins, ce qui semblerait indiquer qu'il y a peu de raison de limiter l'interaction à courte distance.

Ce rapport $\frac{G}{F} \sim 1$ s'est en effet maintenu aux diverses températures de mesure, ainsi que l'indique la figure 4.

I - 3.2.2.2 Variation thermique :

La figure 4 montre l'évolution de F et G, et puisque G ≃ F, celle de l'énergie induite en fonction de la température. Nous constatons également que F et G sont de l'ordre de $2^{o}/_{oo}$ de la constante K_1 relative à l'énergie d'anisotropie magnétocristalline.

Nous avons également représenté (fig. 5) la variation de F (et G) en fonction de l'aimantation réduite $\frac{M_T}{M_o}$. Il ne semble pas qu'une loi en puissance de $\frac{M}{M_o}$ soit vraiment acceptable. Ce résultat confirme celui indiqué par P.E.BROMMER et T'HOOFT (23) et par A.FERRO et ses collaborateurs (18) sur des échantillons à 3,9 % de silicium. Ces auteurs notaient en effet la similitude de variation de l'énergie induite d'une part et de l'énergie magnétocristalline d'autre part, en fonction de l'aimantation.

A - I - 4 RESULTATS RELATIFS A L'ANISOTROPIE MAGNETOCRISTALLINE ORDINAIRE :

Nous donnons dans ce paragraphe les résultats tirés des mesures de couple, bien qu'ils n'aient pas un rapport direct avec l'ordre directionnel.

I - 4.1 Rappels théoriques :

En s'appuyant sur des considérations thermodynamiques, G. AUBERT (35) a établi les relations entre l'énergie d'anisotropie et l'anisotropie de l'aimantation. Aussi allons-nous seulement exposer les grandes lignes du calcul.

fig 4

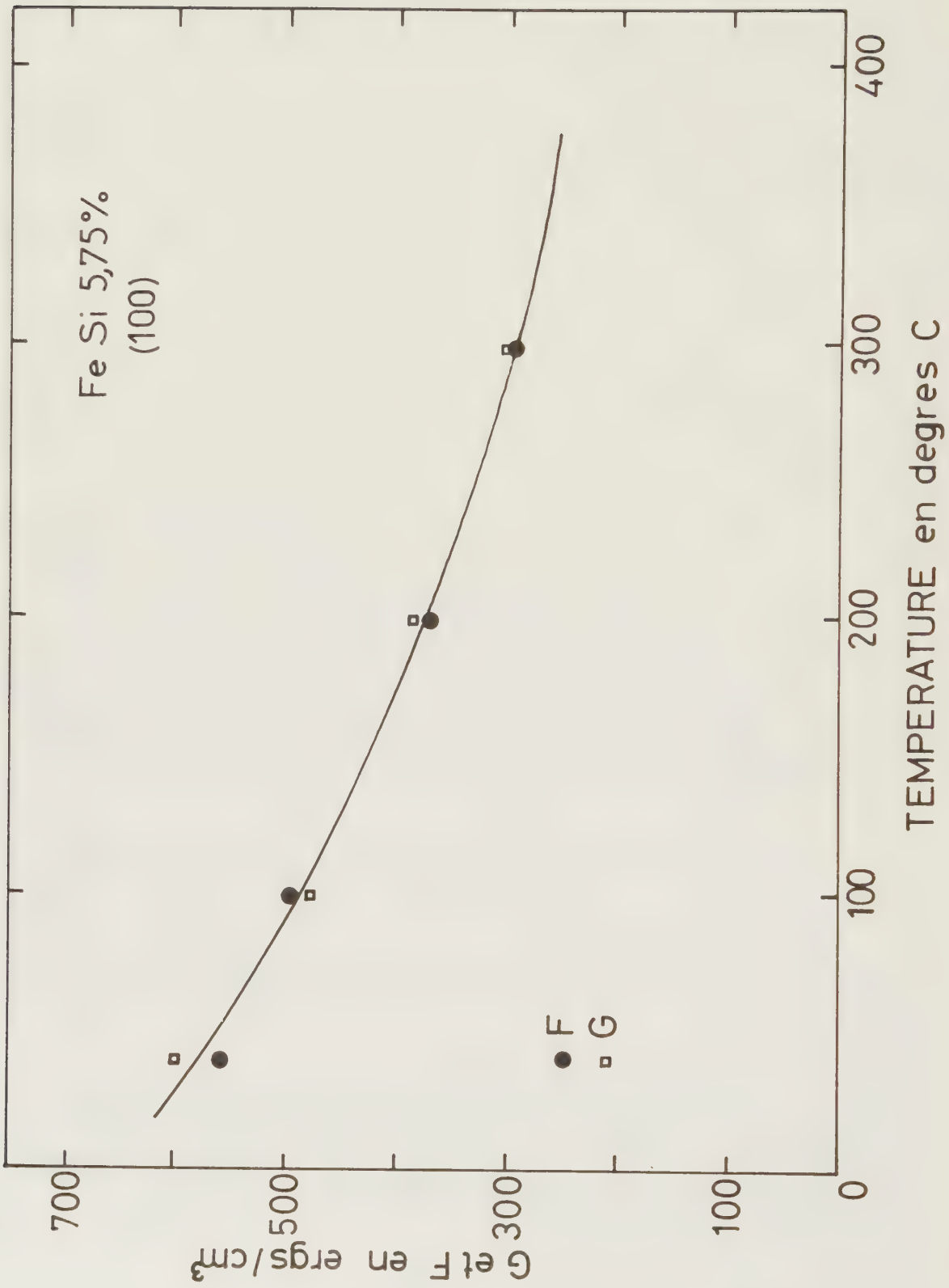
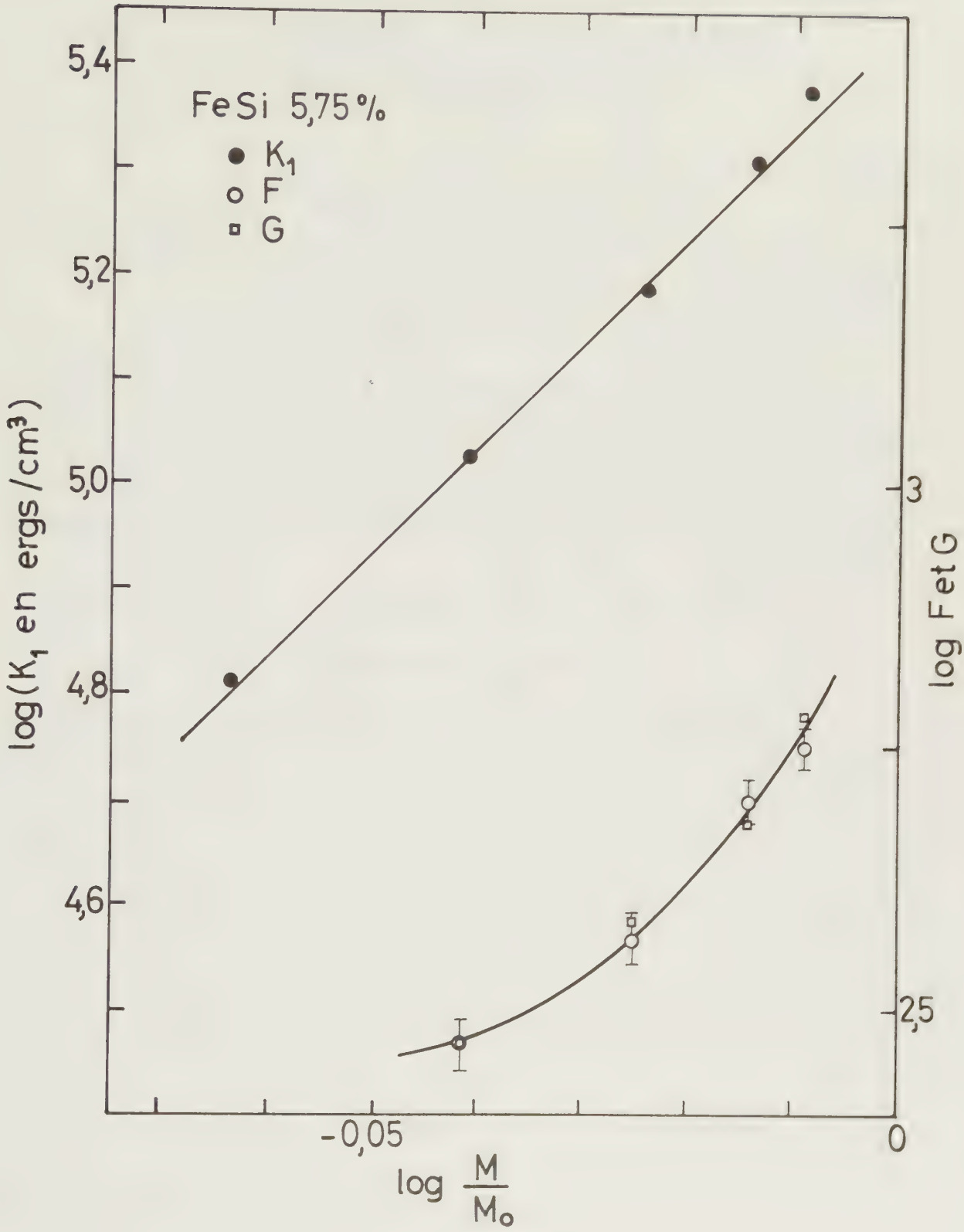

Fe Si 5,75%
(100)
G et F en ergs/cm³
TEMPERATURE en degres C
F
G
700
500
300
100
0
100
200
300
400

fig 5


FeSi 5,75 %
K1
F
G
5,4
5,2
5,0
4,8
4,6
log (K1 en ergs/cm3)
3
2,5
log F et G
-0,05
0
log M/Mo

Dans le cas des alliages cubiques, nous pouvons appliquer les mêmes conditions de symétrie à l'énergie d'anisotropie magnétocristalline E_a et à la grandeur de l'aimantation $\vec{M}$.

Nous obtenons alors les développements suivants :

$$E_a = K_0 + K_1 \sum_{i \neq j} \alpha_i^2 \alpha_j^2 + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \text{----} \tag{26}$$

$$M = M_0 + M_1 \sum_{i \neq j} \alpha_i^2 \alpha_j^2 + M_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \text{----} \tag{27}$$

A champ et température fixés, la position de $\vec{M}$ à l'équilibre correspond au minimum de la fonction de GIBBS.

$$G = E_a - TS - \vec{M}\vec{H} + \frac{1}{2} NM^2 \tag{28}$$

Les variables indépendantes de G sont la température T, la valeur H_M de la projection du champ extérieur appliqué suivant la direction de $\vec{M}$, et deux paramètres caractérisant cette direction. $-\vec{M}.\vec{H}$ et $\frac{1}{2} NM^2$ représentent l'énergie potentielle dans le champ $\vec{H}$ et l'énergie de champ démagnétisant avec le seul coefficient $N = \frac{4\pi}{3}$ puisque notre échantillon est sphérique.

G peut être développé suivant :

$$G = G_0 + K_1' \sum_{i \neq j} \alpha_i^2 \alpha_j^2 + K_2' \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 \tag{29}$$

La différence entre les expressions (26) et (29) réside essentiellement en ce que nous connaissons les variables indépendantes dont dépendent les coefficients K_1', K_2', ce qui conduit à :

$$K_n' = K_n - M_n H_{iM} \tag{30}$$

où H_{iM} représente la composante suivant $\vec{M}$ du champ interne

$$\vec{H_i} = \vec{H} - \vec{NM} \tag{31}$$

L'anisotropie de l'aimantation est déterminée par la suite des coefficients

$$M_n = - \frac{\partial K_n'}{\partial H_{iM}} \tag{32}$$

et l'expression du couple fait intervenir les valeurs K_1' , K_2' ... et non pas K_1, K_2 etc... L'expérience montre que les K_n' sont des fonctions

linéaires de H_{iM}, ce qui signifie que dans le domaine de champ considéré, les coefficients K_n et M_n ne dépendent que de la température.

I - 4.2 Résultats :

Nous avons dû limiter notre détermination à K_1 et M_1 en raison du fait que les termes d'ordre 6,8 et au-delà sont très faibles et donc non significatifs.

Les résultats ont été obtenus au cours de deux séries d'expériences en utilisant le plan (100) et le plan (110).

I - 4.2.1 Détermination de K'_1, K'_2 :

Nous donnons dans les deux tableaux ci-dessous les valeurs de K'_1 rapportées à l'unité de masse en fonction du champ appliqué et de la température.:

Tableau 1 : échantillon de masse 3,29619 g. orienté suivant <1$\bar{1}$0>

T° \ H(Oe)	9 467	10 540	11 248	11 837	12 340
24	31 590	31 690	31 740	31 790	31 830
100	27 210	27 300	27 360	27 405	27 440
200	20 880	20 970	21 030	21 080	21 120
300	14 575	14 650	14 700	14 740	14 775
400	8 910	8 975	9 020	9 060	9 095

Tableau 2 : échantillon de masse 3,35063 g. orienté suivant <001>

T° \ H(Oe)	9 467	10 540	11 248	11 837	12 340	12 786
24	31 470	31 560	31 620	31 660	31 700	31 730
100	27 110	27 200	27 260	27 315	27 340	27 380
200	20 820	20 920	20 980	21 025	21 060	21 090
300	14 530	14 620	14 680	14 710	14 747	14 770
400	8 830	8 914	8 960	9 010	9 060	9 100

Les écarts apparents sont parfaitement compatibles avec les légères différences de températures enregistrées au niveau de la thermosonde située à proximité immédiate de l'échantillon.

Nous avons donc reporté sur la figure 5 les valeurs de K_1 en fonction de l'aimantation réduite $\frac{M_T}{M_o}$.

Nous obtenons une légère courbure par rapport à la loi théorique approchée en puissance 10.

Ces résultats sont également compatibles avec ceux obtenus à l'ambiante par P. ESCUDIER (39) avec un échantillon de fer pur. Nous donnons à titre d'information le relevé (Tableau 3) d'un développement de la courbe de couple obtenu à l'ambiante dans le plan (100). "a" et "b" sont les coefficients du développement de FOURIER $\Gamma(\phi)$ en fonction de l'angle ϕ du champ, "a'" et "b'", les coefficients relatifs à l'expression du couple en fonction de l'angle Θ de l'aimantation, calculés suivant une méthode mise au point par G. AUBERT.

Les coefficients a'_8 et b'_8 sont du même ordre de grandeur que les harmoniques impairs et de l'ordre de 10^{-4} fois le coefficient principal b'_4. Ceci nous indique donc seulement que K'_3 est au plus de l'ordre de $10^{-4}K'_1$.

La même conclusion ressort de l'examen des développements de courbes obtenues dans le plan (110). Le tableau 4, par exemple, montre que les coefficients a'_6 et b'_6 sont de l'ordre de $10^{-4}b'_4$ et par conséquent nous pouvons négliger la contribution de K'_2 à l'énergie libre.

I - 4.2.2 Détermination des coefficients M_n :

Les tableaux 1 et 2 permettent de calculer $M_1 = - \frac{\partial K'_1}{\partial H_{iM}}$.

Comme l'aimantation est pratiquement constante, nous avons calculé $\frac{\partial K'_1}{\partial H}$.

La figure 6 représente, à titre d'exemple, l'évolution de K'_1 en fonction du champ appliqué, à partir des données des tableaux 1 et 2 pour des expériences effectuées à 200°C.

K'_1 varie linéairement en fonction de H.

La même procédure a été utilisée pour les autres températures et nous avons groupé dans le tableau 5 les valeurs de l'anisotropie de l'aimantation obtenue.

TABLEAU 3

Fe Si 5,75 % - Plan (100) - Ambiante.

b_n	a_n	b'_n	a'_n	$\sqrt{a'^2_n + b'^2_n}$	$-\text{arc tg } \frac{a'_n}{b'_n}$	n
	-.16390186+CC	.28131000-05	-.16468353+CC			
-.22185082+01	.12039280+01	-.22185461+01	.12023036+C1	.25233867+01	.2845731+02	1
.87381554+00	-.33129444+C1	.86660188+00	-.33386511+01	.34492883+01	.7549052+02	2
-.96396922-01	-.92605590-01	-.72693536-01	-.83497409-C1	.1107 758+00	-.48956900+02	3
.24407163+04	-.16C60495+C2	.2440 9383+04	-.16071947+C2	.24409912+04	.3772489 5+00	4
.12105656+00	-.11943674+CC	.81955571-01	-.95734358-C1	.126 2295+00	.49434071+02	5
.15378857+00	.17779922+CC	.17129486+00	.11C98765+CC	.20410827+00	-.3294054 7+02	6
-.62938690-01	-.496397C1-01	-.64894605-01	-.51349199-C1	.82752945-01	-.38353536+02	7
-.33573318+02	.82323432+CC	-.61502784-01	.38485906+CC	.38974234+00	.80920563+02	8
.55518150-01	.54922175-C2	.59222339-01	.36929754-C2	.59337370-01	-.35682192+01	9
.65326690-03	-.72604794-C2	.58335223-02	-.16598741-C2	.60650774-02	.15883206+02	10
-.19298553-01	.97301005-C2	-.22448335-01	.79168551-C2	.23803452-01	.19426220+02	11
.76982689+00	-.11108351+CC	.82721618-01	-.77705278-01	.11349439+00	.4320901 9+02	12
-.48913955-02	-.47494411-C1	-.40123608-02	-.48693104-C1	.48858135-01	-.85289412+02	13
.72264671-02	.11647224-C1	.72696397-02	.13350562-01	.15201485-01	-.61430851+02	14
.18792152-01	.36277771-C2	.17699550-01	.42008077-C2	.18191230-01	-.13351530+02	15
-.15610552+00	-.86745261-C1	-.13458938+00	-.91911528-01	.16297862+00	-.34329296+02	16
.36696076-01	.36400795-C1	.36327495-01	.33596342-C1	.49481320-01	-.42763223+02	17
-.67347173-05	-.38891792-C1	.45001346-03	-.37923417-C1	.37926086-01	.89320140+02	18

TABLEAU 4

Fe Si 5,75 % - Plan (110) - Ambiante.

b_n	a_n	b'_n	a'_n	$\sqrt{a'^2_n + b'^2_n}$	$-\text{arc tg } \frac{a'_n}{b'_n}$	n
	-.26028256+01	.23061000-05	-.26054212+01			
.20043755+00	.45345955+01	.20224012+00	.45410470+01	.4545548?+01	-.87449961+02	1
.23167901+04	-.40736465+01	.22983801+04	-.41759964+01	.2293.889+04	.10410232+00	2
-.85353850-01	-.43354607+00	-.84869860-01	-.34065582+00	.351.6877+00	-.76010321+02	3
.34949660+04	.35328064+01	.35080046+04	.33486996+01	.350.0062+04	-.54693854-01	4
-.42994308+00	-.45701218+00	-.43044227+00	-.36492473+00	.5643.428+00	-.40290951+02	5
-.57725750+02	.24499089+01	-.13793978+01	.23778794+01	.2749.087+01	.5988216C+02	6
.18489265+00	-.64554214-01	.17304688+00	-.83508718-01	.1921.299+00	.25760962+02	7
-.56215225+02	.18422189+01	-.31248543+00	.20108410+01	.2034.763+01	.81166867+02	8
.44460296-01	-.50041239-01	.30954956-01	-.69455253-01	.7604.051-01	.6597832S+02	9
.18659744+01	-.60542821-01	-.95312659-01	.91125916-01	.131.6522+00	.43713558+02	10
.14764786-01	.30478000-01	.21356708-01	.21951258-01	.3062.242-01	-.45786531+02	11
.12991104+01	-.13375294+00	-.54746962-01	-.47894021-01	.7273.721-01	-.41180252+02	12
.43437003-01	.44117927-01	.43198596-01	.35723300-01	.559?.6652-01	-.39647917+02	13
.62496185-01	.93526839-02	.12686586+00	.71001282-02	.127(.6439+00	-.32032529+01	14
.29377662-01	.66974639-01	.30955517-01	.66891845-01	.737.7278-01	-.65166731+02	15
-.29931545-01	.18186569-01	.10057601-01	.13709447-01	.1700.3067-01	-.53735275+02	16
.35432883-01	.79055786-01	.39635145-01	.84566742-01	.9330.4210-01	-.64888229+02	17
-.15291237-03	-.45999236-01	.71895674-02	-.48297164-01	.4882.9355-01	.81533065+02	18

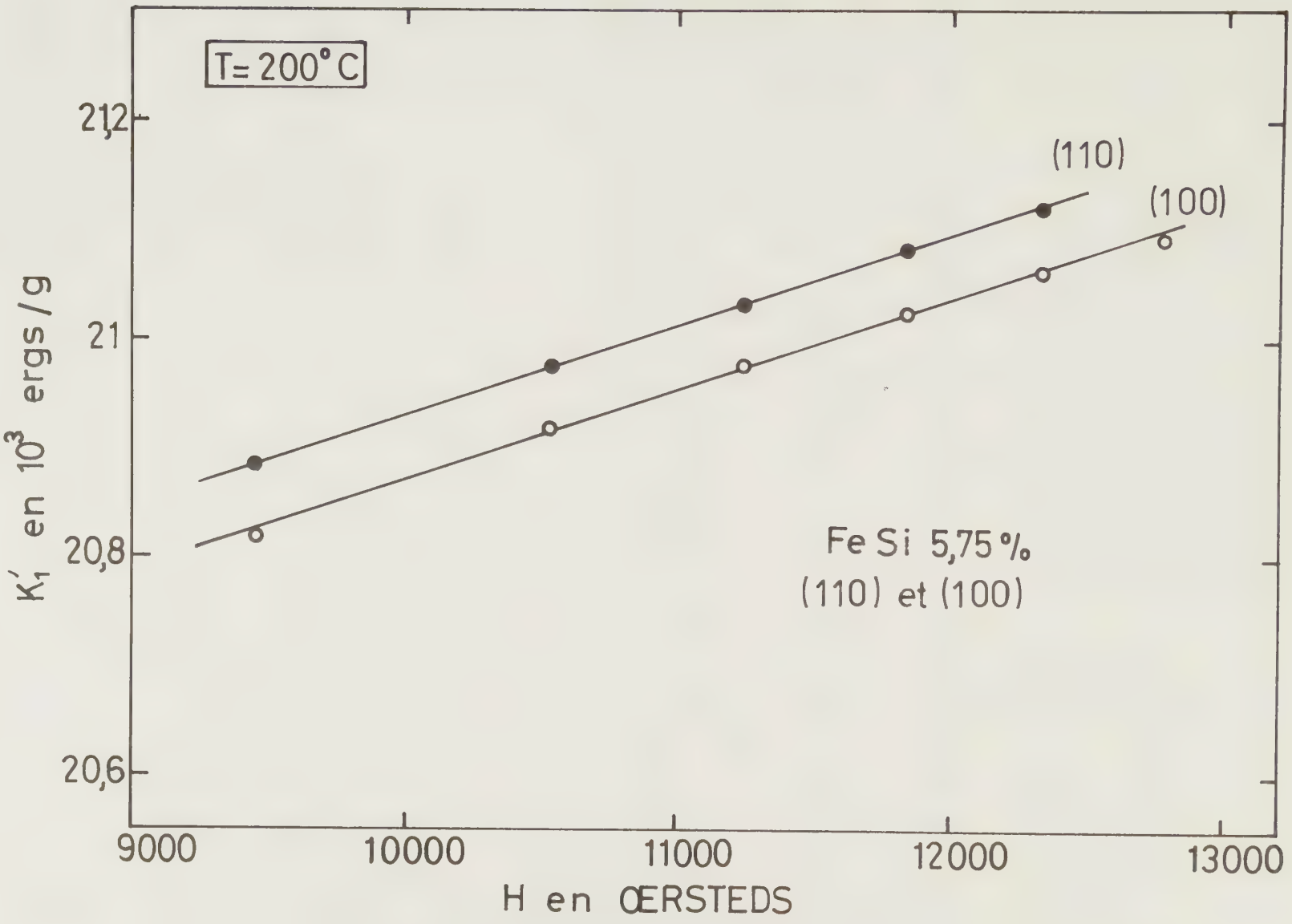

T= 200° C
21,2
21
20,8
20,6
K_1' en 10^3 ergs / g
(110)
(100)
Fe Si 5,75 %
(110) et (100)
9000
10000
11000
12000
13000
H en ŒRSTEDS

fig 6

Tableau 5 : Fe Si 5,75 %. Anisotropie de l'aimantation : coefficient M_1 en u.e.m/g.

Température	Plan (100)	Plan ($1\bar{1}0$)
20°C	82.10^{-3}	82.10^{-3}
100°C	84.10^{-3}	83.10^{-3}
200°C	84.10^{-3}	83.10^{-3}
300°C	72.10^{-3}	70.10^{-3}
400°C	75.10^{-3}	65.10^{-3}

Les coefficients d'ordre supérieur M_2, M_3, etc... sont évidemment restés inaccessibles à nos expériences.

Là aussi nous avons un accord satisfaisant avec les résultats de P. ESCUDIER concernant un échantillon de fer pur. Il trouve en effet 92.10^{-3} u.e.m/g à la température ambiante. Or nous devons nous attendre à ce que l'anisotropie de l'aimantation diminue lorsqu'on ajoute du silicium, et nous avons le bon ordre de grandeur.

B. Alliage Fe Si 2,21%

B - II - 1 ORDRE DIRECTIONNEL :

La théorie prévoit que l'énergie d'anisotropie uniaxiale varie, pour des alliages dilués, proportionnellement au carré de la concentration du constituant minoritaire. Avec 2,21 % de silicium, nous devons nous attendre à une énergie induite de l'ordre de 100 ergs/cm^3. Nous avons effectivement tenté de mesurer cette énergie, mais nous sommes vraiment à la limite des conditions de reproductibilité des différents traitements thermiques, aussi les résultats se bornent-ils à la détermination des constantes d'anisotropie magnétocristalline.

B - II - 2 CONSTANTE D'ANISOTROPIE K_1 :

Nous nous sommes limités à l'étude du plan (110). Les seuls coefficients significatifs sont les harmoniques d'ordre 2 et 4. En con-

séquence, les constantes K_2, K_3, etc... sont négligeables. Le tableau ci-dessous indique les valeurs de K dans le domaine 20°C - 450°C de température.

Fe Si (2,21 % en masse) constante d'anisotropie K_1 .

Température	20	200	250	300	350	400	450
K_1(en 10^5ergs/cm^3)	4,023	2,774	2,351	1,940	1,548	1,192	0,885

La figure 7 confirme le résultat obtenu avec l'alliage Fe Si 5,75 %, à savoir le caractère approché d'une variation de K_1 suivant la puissance 10 de l'aimantation.

II - ALLIAGES NICKEL.COBALT *

A .Alliage Ni Co 79-21

A - II - 1 CHOIX DE L'ALLIAGE Ni Co 79-21

Nous avons signalé précédemment que la difficulté dans les alliages fer-silicium consistait à extraire des mesures la contribution de l'ordre directionnel. Il est donc impossible dans ces conditions d'examiner l'influence de celui-ci sur l'anisotropie magnétocristalline ordinaire. Cet effet n'avait jamais été mis en évidence, aussi, pour nous placer dans les meilleures conditions d'observation, nous avons choisi l'alliage Ni Co 79-21 dont la constante d'anisotropie K_1 est faible.

En outre les alliages Ni Co se présentent comme des solutions solides régulières cristallisant dans le système cubique c.f.c. dans le domaine des concentrations utilisées.

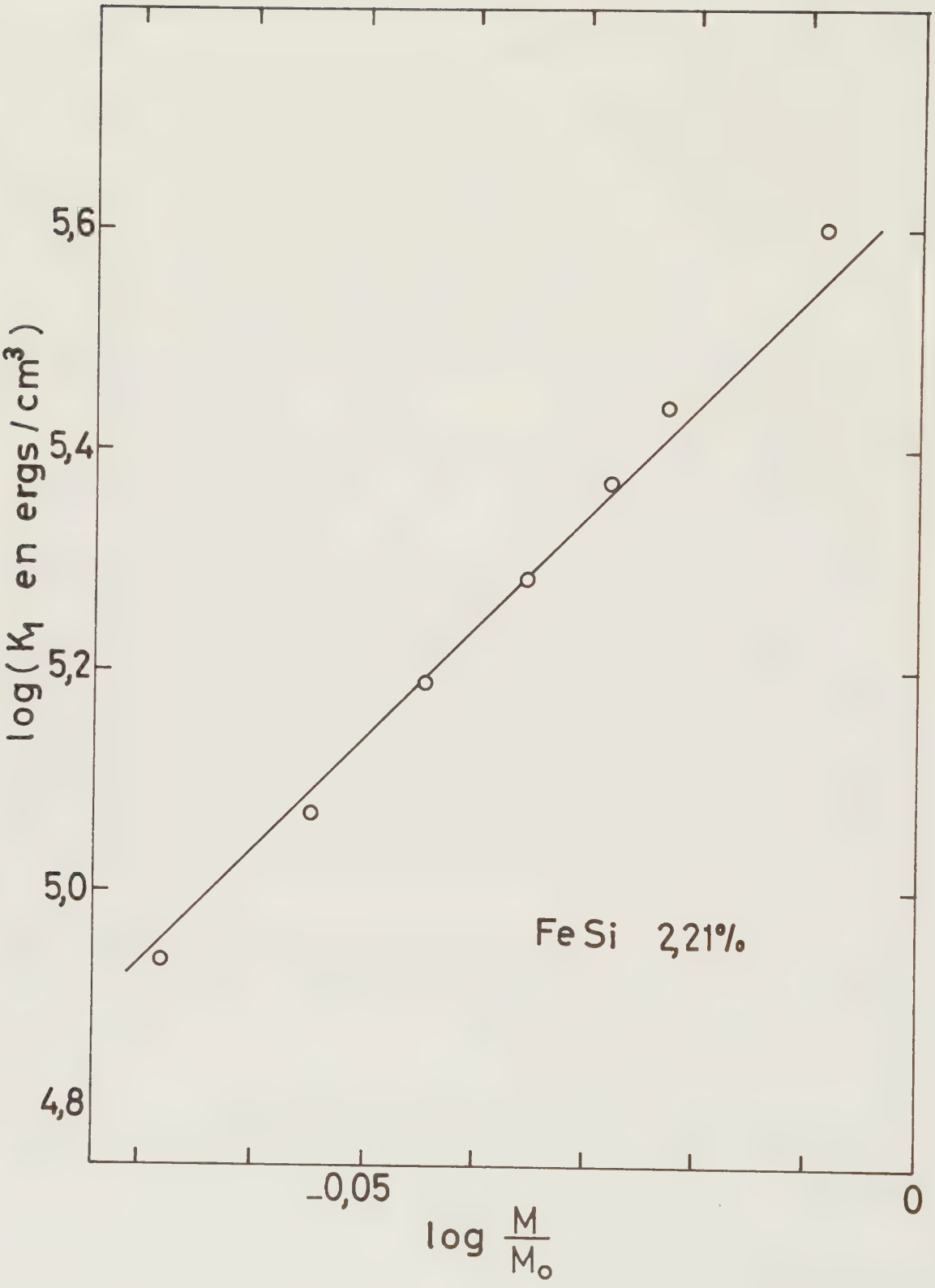
A - II - 2 TRAITEMENTS THERMOMAGNETIQUES :

Afin d'établir une comparaison avec les prévisions théoriques, nous avons effectué :

1 - Une série de traitements à la même température (500°C) suivant différentes directions dans le plan (110), les mesures ayant

* *Ces résultats ont fait l'objet d'une publication antérieure (42)*

fig 7



lieu à l'ambiante. Le temps de traitement avait été déterminé au préalable (4H) par une étude de cinétique.

2 - Une série de traitements suivant la même direction à des températures comprises entre 450°C et 550°C suivis de mesures à l'ambiante.

3 - La détermination de l'ordre induit en fonction de la température- pour un traitement donné.

A - II - 3 RESULTATS RELATIFS A L'ANISOTROPIE MAGNETOCRISTALLINE ORDINAIRE :

Seuls les coefficients des harmoniques 2 et 4 sont significatifs, aussi les constantes K_2, K_3, etc... sont-elles négligeables.

Une série d'expériences préliminaires a permis de déterminer K'_1 en fonction de la température. Les valeurs obtenues sont reportées sur la figure 8. Nous observons en particulier un changement de signe.

K'_1 est positif lorsque $T < 265°$ K environ, puis négatif au-delà.

Il est exclu ici de rechercher entre K'_1 et l'aimantation M une relation du type AM^n. Nous ne pouvons pas non plus envisager que ce changement de signe soit lié à un phénomène de compensation : en effet, la constante $K_1^{(Ni)}$ du nickel est négative, et les mesures de W.D.DOYLE et P.J. FLANDERS (40), dont nous disposons sur le cobalt cubique, montrent également que $K_1^{(Co)}$ est négatif.

A - II - 4 RESULTATS RELATIFS A L'ORDRE DIRECTIONNEL :

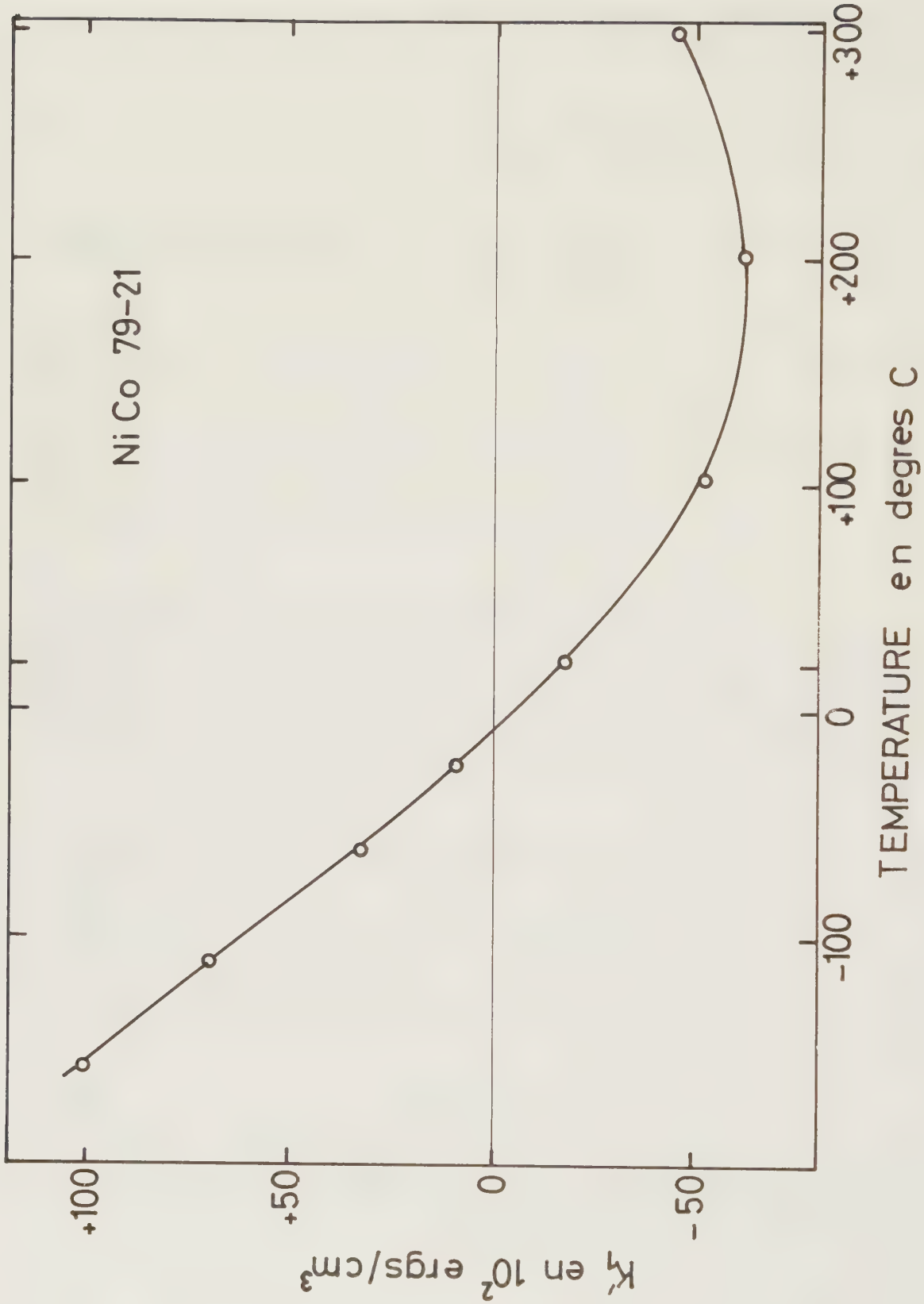
II - 4.1 Variation de l'énergie induite E_u en fonction de la direction de traitement dans le plan (110)

La théorie phénoménologique exposée au paragraphe (I - II - 2) et appliquée au cas particulier des traitements et mesures effectués dans un plan (110) conduit à

$$E_u = -K_u \cos^2(\theta - \theta'_1) \qquad (33)$$

K_u et θ' dépendent de F, G et donc du rapport $k = \frac{G}{F}$ ainsi que de l'angle θ' correspondant à la direction de l'aimantation au cours du traitement.

fig 8


Ni Co 79-21
+100
+50
0
-50
K_4' en 10^2 ergs/cm^3
-100
0
+100
+200
+300
TEMPERATURE en degres C

La courbe représentative de la fonction $y(\theta') = \frac{K_u(\theta')}{K_u(0)}$ est très sensible à la valeur du paramètre k au voisinage seulement des valeurs $\theta' = o$ et $\theta' = \frac{\pi}{2}$ et la détermination de k à partir de cette courbe nécessiterait une détermination extrêmement précise de l'énergie induite. Etant donné la dispersion des mesures réalisables, nous avons préférer utiliser directement les propriétés des coefficients a'_2 et b'_2 relatifs aux traitements dans le plan (110). La relation (4) conduit en effet à :

$$a'_2 = -\frac{G}{2} \sin 2\theta' \qquad (34)$$

$$b'_2 = \left(\frac{G}{8} + \frac{3F}{4}\right) \cos 2\theta' + \frac{F}{4} - \frac{G}{8} \qquad (35)$$

Les figures (9) et (10) permettent de se rendre compte de la dispersion des points expérimentaux, mais le choix de certaines expériences plus sûres permet de mieux préciser la pente des droites.

Les résultats vérifient la théorie phénoménologique si nous adoptons la valeur k = 3,0.

Cette valeur doit être comparée à la valeur k = 4 qui correspond à une théorie de paires proches voisins seulement, en l'absence de phénomène de précipitation ou d'ordre ordinaire. Selon la théorie de T. IWATA, une valeur inférieure à 4 correspond à une tendance à l'établissement d'ordre ordinaire qui cependant n'a pas été observée sur les alliages nickel-cobalt à l'aide d'autres techniques.

II - 4.2 Variation de l'énergie induite en fonction de la température de traitement T' :

Les traitements ont été effectués de 25°C en 25°C entre 450°C et 550°C.

Les énergies, dans cette gamme de température s'échelonnent entre 800 ergs/cm^3 et 2 600 ergs/cm^3 environ.

Si nous portons (fig.11) la valeur de K_u en fonction de $\frac{1}{T'}$, $(\frac{M_{T'}}{M_o})^2$, nous trouvons que les points représentatifs sont sensiblement alignés et par conséquent l'accord avec le modèle théorique de S. TANIGUCHI semble satisfaisant.

fig 9

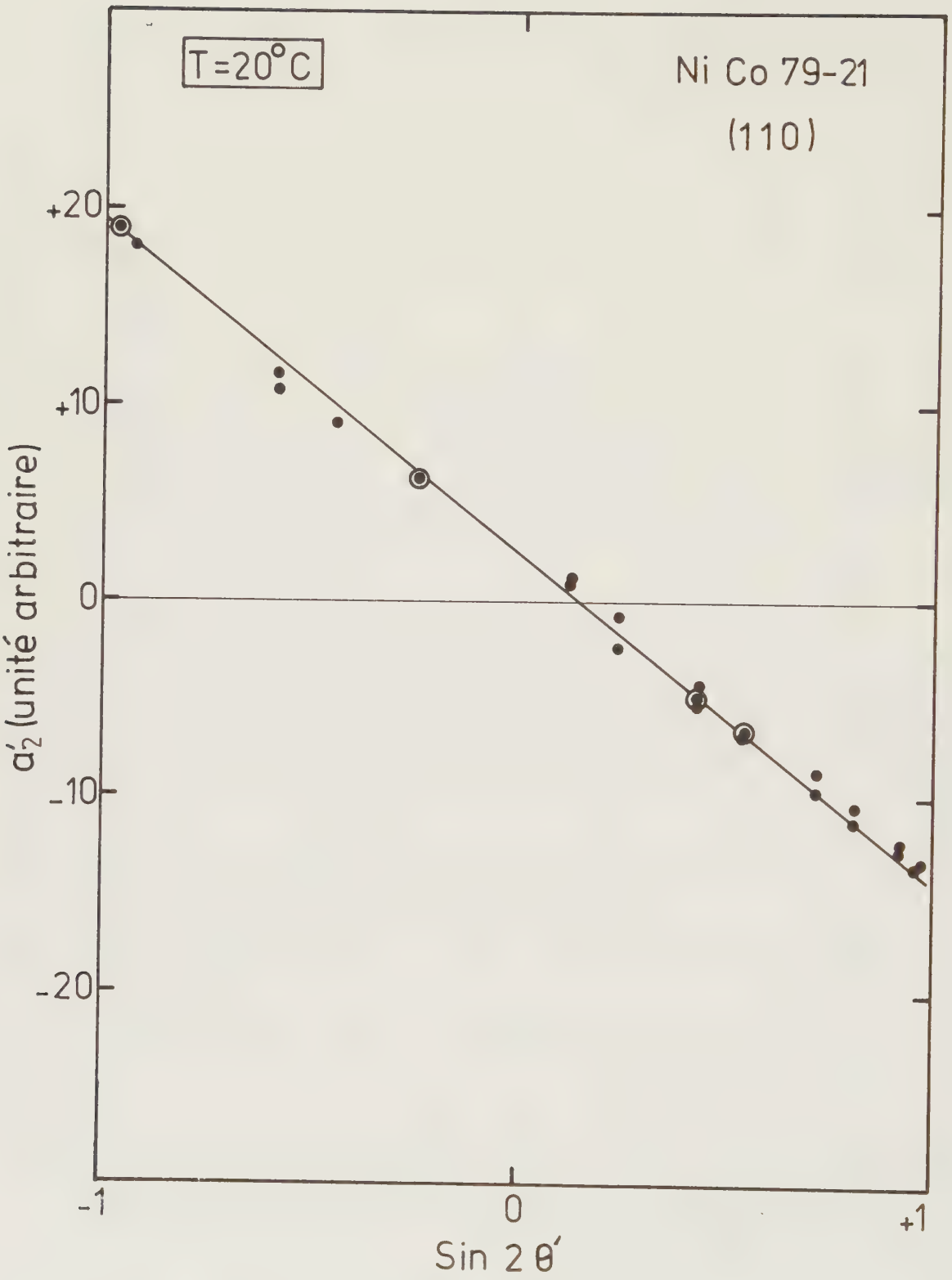


fig 10

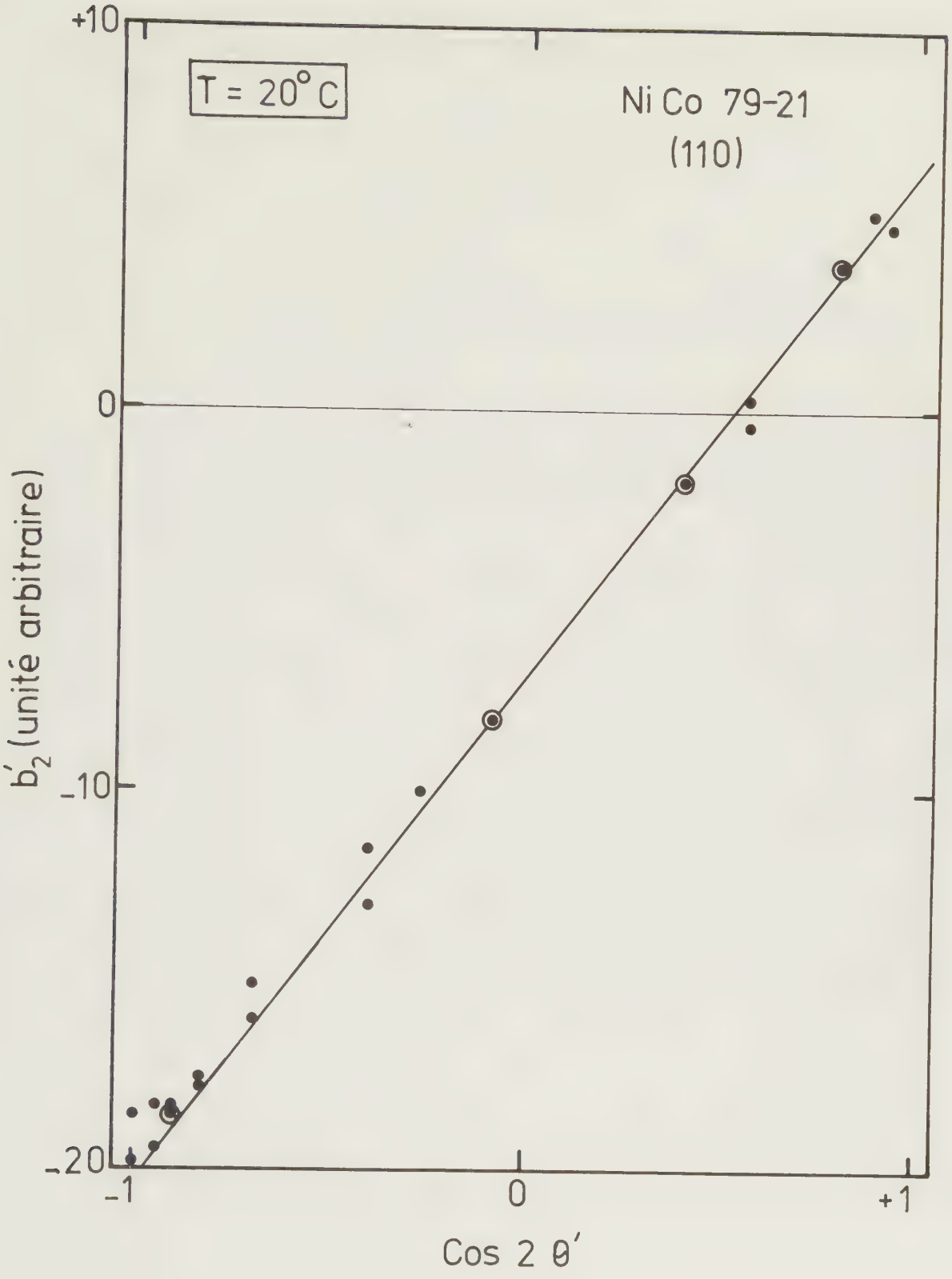
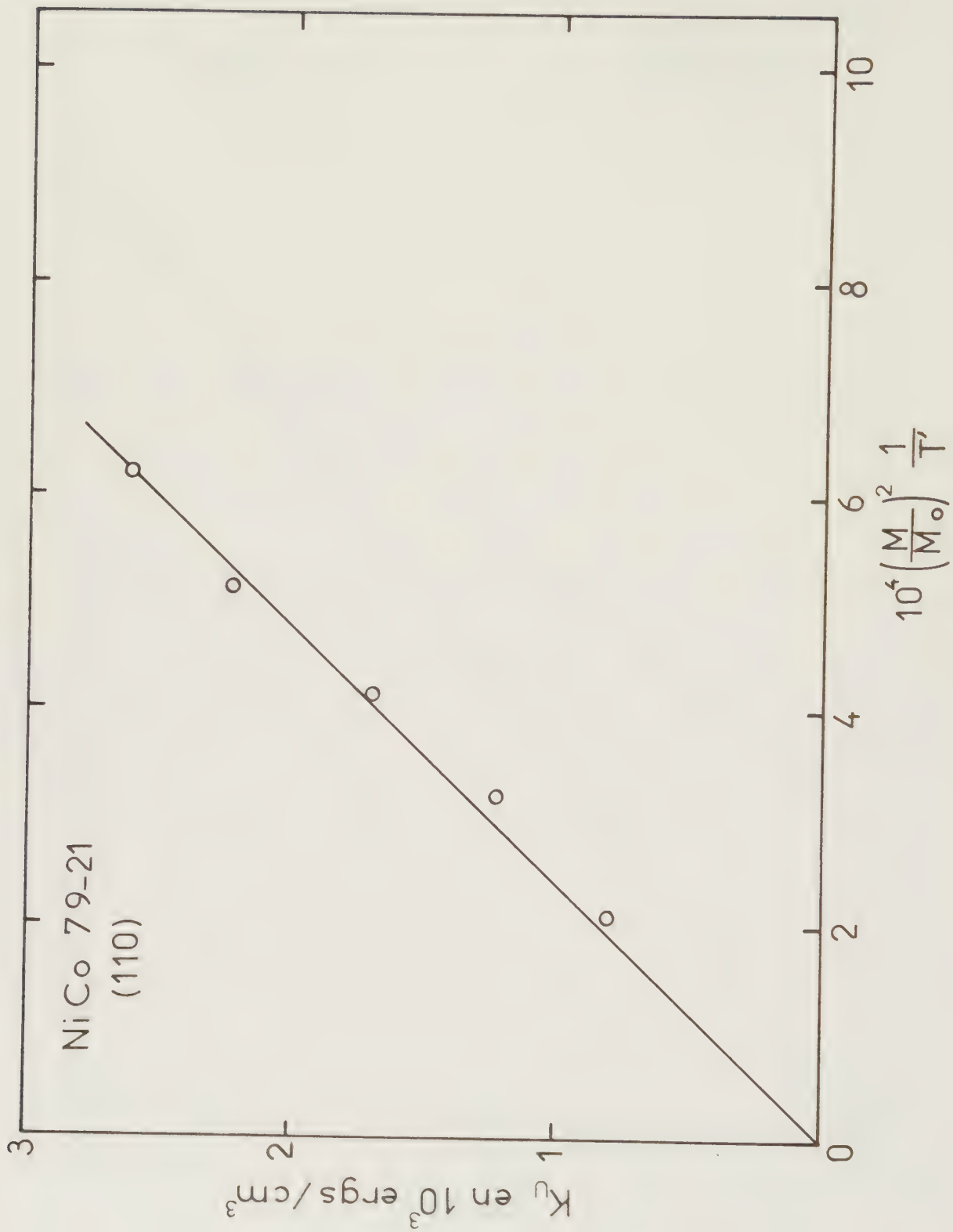


fig 11


NiCo 79-21
(110)
K_u en 10^3 ergs/cm^3
$10^4\left(\frac{M}{M_o}\right)^2 \frac{1}{T'}$
0
1
2
3
2
4
6
8
10

II - 4.3 Variation de l'énergie induite en fonction de la température de mesure :

Le traitement thermomagnétique a été effectué à 450°C durant 8H dans une direction à 13° de l'axe<110>. Les mesures de couple ont eu lieu à 25°C, 100°C, 200°C et 300°C.

Nous trouvons que l'énergie induite varie entre 2 600 ergs/cm^3 et 1 300 ergs/cm^3 environ . Figure 12, nous avons porté K_u en fonction de l'aimantation réduite $\frac{M}{M_o}$ à la puissance n.

Il est clair que la valeur n = 2 correspondant à la théorie de S. TANIGUCHI ne convient absolument pas. Nous ne trouvons d'ailleurs aucun accord satisfaisant avec une loi en puissance n de l'aimantation.

II - 4.4 Discussion :

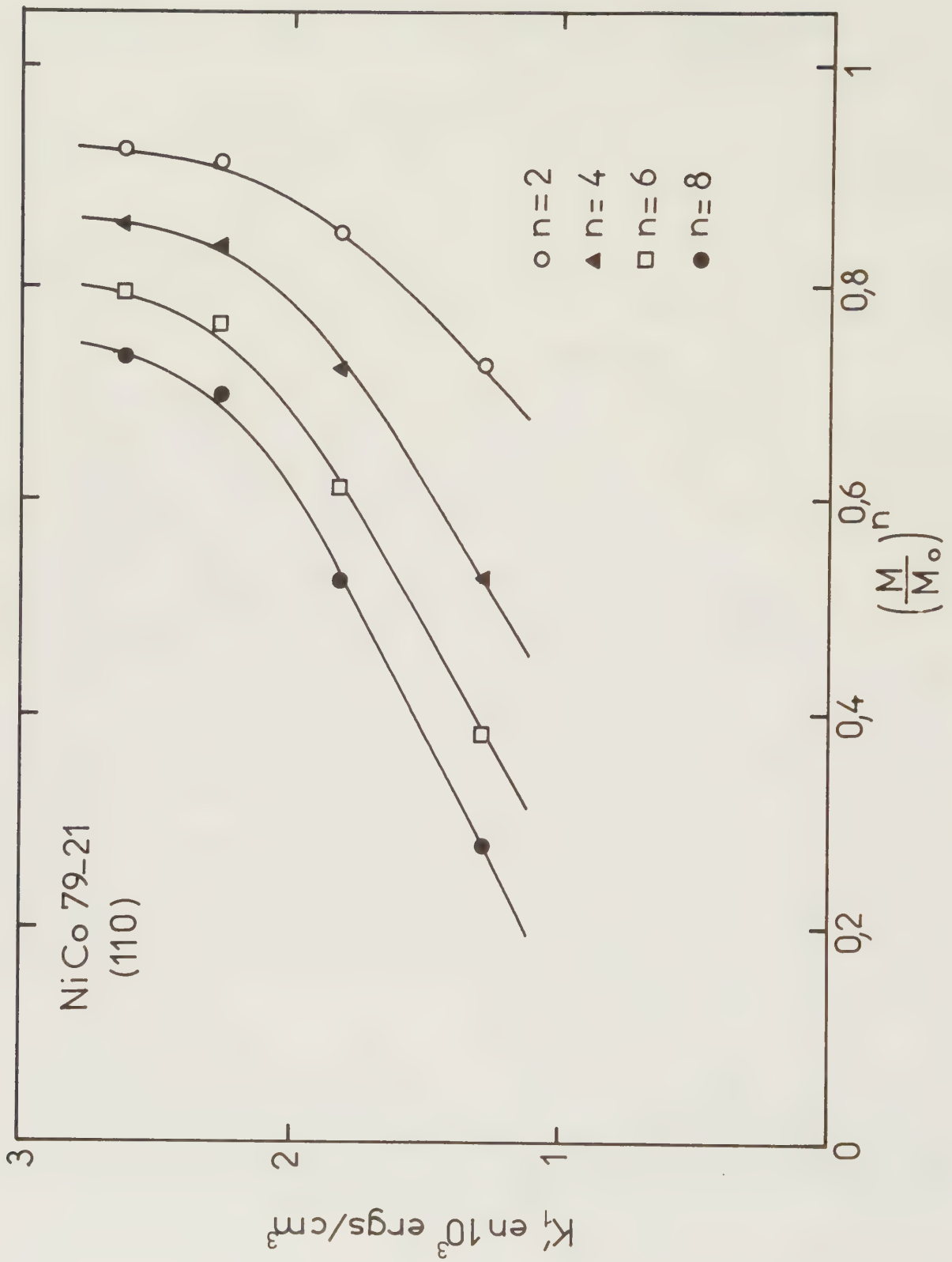
Nous avons été extrêmement surpris de ce résultat, en comparaison de celui trouvé précédemment. Il semble, en effet, par un raisonnement rapide, que l'énergie de surstructure devrait se présenter comme le produit de deux fonctions $f_{(T)}$ et $\frac{1}{T'}$, $g(T').g_{(T')}$ traduit l'interaction à la température de traitement et conditionne la migration des atomes, le coefficient $\frac{1}{T'}$, résultant de l'application de la statistique de BOLTZMANN. La répartition des atomes étant figée par la trempe, $f_{(T)}$ est caractéristique de l'énergie de liaison à la température de mesure. Comme T et T' sont voisines, il semble raisonnable que f et g aient la même loi de variation en fonction de l'aimantation.

Nous n'avons pas trouvé d'explication à ce désaccord qui peut être considéré comme sûrement établi pour les raisons suivantes :

- d'une part, entre 20°C et 300°C, nous n'avons noté aucun phénomène de diffusion et par conséquent nous mesurons bien l'énergie correspondant à une répartition stable des atomes, et cela quelle que soit l'efficacité de la trempe. L'ordre de grandeur de l'énergie trouvée dépend du traitement thermomagnétique, mais non de la variation avec la température de mesure.

- d'autre part, entre 450°C et 550°C, l'efficacité des trempes est très comparable. Cependant, il est raisonnable de penser que les températures efficaces de traitement sont légèrement inférieures aux températures de recuit. Cela pourrait conduire à une valeur de n supérieure à 2 mais ne permettrait pas d'expliquer un tel écart.

fig 12


NiCo 79-21
(110)
n=2
n=4
n=6
n=8
K_1 en 10^3 ergs/cm^3
$\left(\frac{M}{M_o}\right)^n$
0
0,2
0,4
0,6
0,8
1
2
3

A - II - 5 INTERACTION ENTRE L'ORDRE INDUIT ET L'ANISOTROPIE MAGNETOCRISTALLINE ORDINAIRE

Nous avions choisi l'alliage Ni Co 79-21 pour la faible valeur de l'anisotropie magnétocristalline à la température ambiante. La comparaison des coefficients b_4' relevés après la suite des traitements effectués de 450°C à 550°C et mesurés à température ambiante permet de mettre en relief l'interaction entre l'ordre induit et l'anisotropie magnétocristalline ordinaire.

Nous avons donc représenté sur la figure 13 les valeurs de K_u et K_1' correspondantes.

Les variations de K_1' semblent du même ordre de grandeur que les énergies induites, mais ce fait n'a été observé que dans cet alliage. Lorsque l'anisotropie ordinaire est plus importante et que l'énergie induite est elle-même considérable (ex. NiCo 50-50) nous n'avons pas observé de variation significative de K_1'.

B. Alliage Ni Co 50-50

B - II - 1 CHOIX DE L'ALLIAGE :

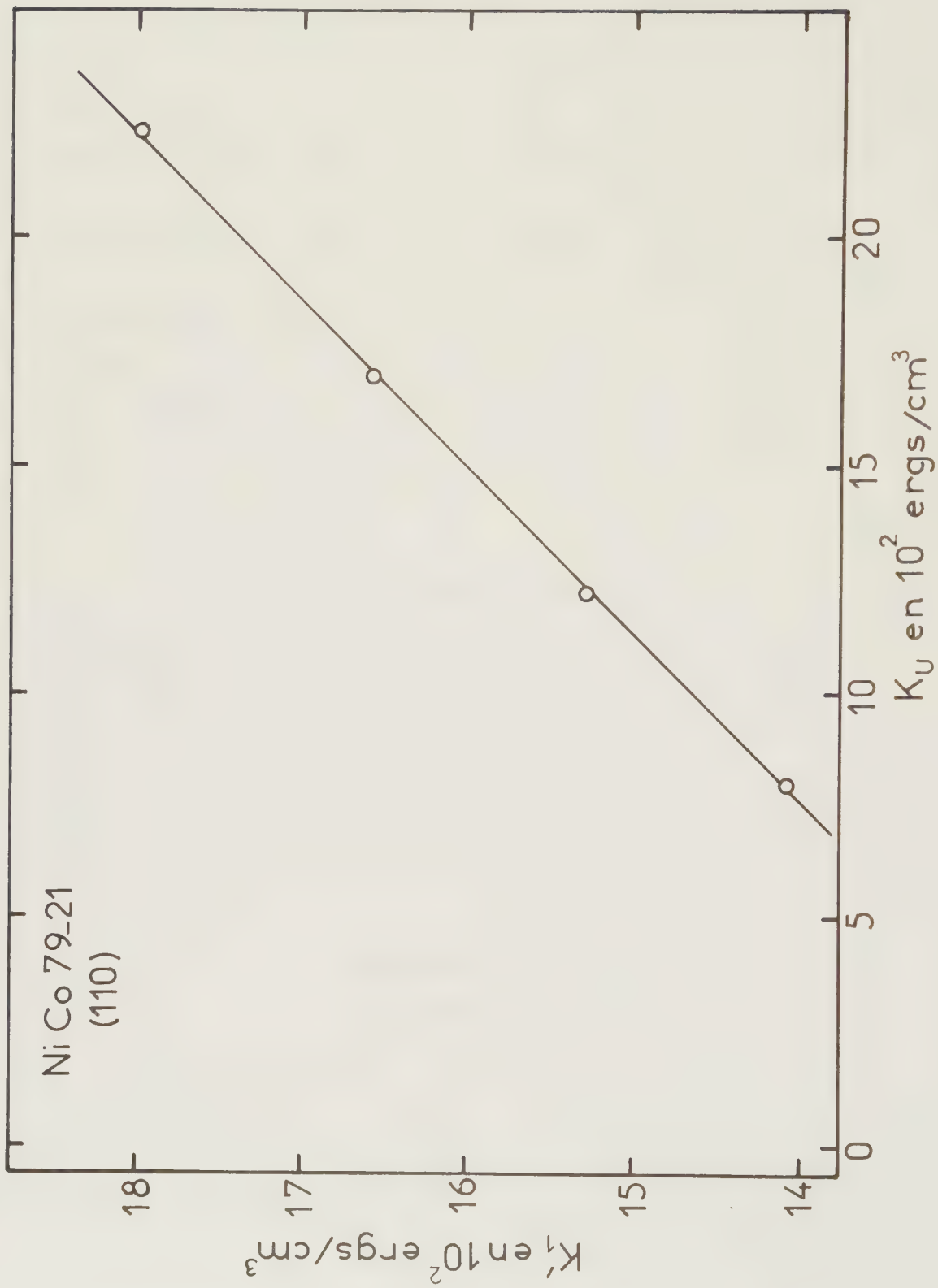
Nous avons signalé précédemment le désaccord entre la théorie de S. TANIGUCHI et nos résultats. Il était donc nécessaire de continuer notre expérimentation avec un alliage de concentration différente. L'alliage équiatomique présente du point de vue théorique une structure simple. A priori, son point de Curie élevé (835°C) constitue un avantage important : la possibilité d'étendre le domaine de température de traitement. En réalité, nous avons été très limités par la rapidité des phénomènes de diffusion au-dessus de 600°C.

B - II - 2 TRAITEMENTS THERMIQUES :

II - 2.1 Traitement de référence :

La technique de refroidissement sous champ tournant n'ayant pas posé de problème particulier au cours de l'étude précédente, nous l'avons également utilisée pour cet alliage. En dépit de plusieurs essais, l'état obtenu présentait une anisotropie notable visible sur le coefficient b_2'. Nous avons cependant décidé de continuer ainsi les essais, puis de reprendre parallèlement l'étude dans le Service de Physique du Solide du Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble. Ce labora-

fig 13


Ni Co 79-21
(110)
K_1' en 10^2 ergs/cm^3
K_U en 10^2 ergs/cm^3
18
17
16
15
14
0
5
10
15
20

toire mettait à notre disposition une balance de torsion qui a été légèrement modifiée de manière à permettre traitements et mesures avec l'échantillon en place. En outre le dispositif de trempe à hydrogène est beaucoup plus efficace que le nôtre : le température passe de 590°C à l'ambiante en quelque vingt secondes. L'état de référence est alors obtenu par trempe consécutive à un recuit à 860°C.

II - 2.2 Traitements thermomagnétiques :

En raison de l'accord des résultats avec la théorie phénoménologique obtenus avec l'échantillon Ni Co 79-21, plutôt que reprendre une étude suivant un grand nombre d'orientations de $\vec{J}_s$, nous avons préféré limiter les traitements aux seules directions de symétrie d'ordre 2,3 et 4 contenues dans le plan (110).

Les températures de recuit sous champ magnétique sont 450°C, 510°C et 590°C.

B - II - 3 INTERPRETATION :

L'emploi des deux techniques met bien en relief les difficultés d'interprétation des premiers résultats obtenus. La théorie des paires premiers voisins, bien qu'imparfaite, laisse prévoir que les énergies induites suivant <100>, <110> et <111> sont approximativement proportionnelles à 2, 3 et 4 et de plus l'anisotropie uniaxiale induite par un traitement suivant une direction Δ de symétrie cristallographique a précisément Δ pour axe.

Ceci nous a donc incité à chercher une méthode d'exploitation qui permette de s'affranchir d'un état initial de référence.

Il est alors assez réconfortant de constater que les deux séries d'expériences donnent des résultats concordants.

L'idée directrice consiste à envisager non pas chaque expérience, mais à grouper les résultats relatifs à l'ordre directionnel induit suivant les trois axes de symétrie cristallographique. En d'autres termes, cela revient à admettre, ce qui semble une évidence au point de vue théorique, que l'état d'équilibre thermodynamique est indépendant des états antérieurs. Ceux-ci n'interviennent que dans la cinétique de l'établissement de l'ordre. Nous reviendrons au chapitre IV sur ce point, mais avant d'aller plus avant dans notre propos, donnons une représentation graphique.

II - 3.1 Représentation graphique (Fig. 14)

Le résultat de chaque expérience sera représenté par un point, extrêmité d'un vecteur dont l'abcisse et l'ordonnée sont respectivement les coefficients a'_2 et b'_2 du développement de la courbe de couple.

Aux traitements effectués à 450°C suivant les axes <100>, <110> et <111> correspondent donc trois points A, B, C concernant les expériences effectuées au C.N.R.S. et trois points A', B', C' obtenus au C.E.N.G. Sur la figure 14 le point O de coordonnées

$$b'_2 = \frac{2}{3} b'_4 \qquad (36)$$

$$a'_2 = 0$$

représente le point que l'on devrait obtenir, en l'absence de couple parasite pour un état parfaitement désordonné. Les points D et D' représentent les états effectivement obtenus après un refroidissement lent en champ tournant depuis 650°C et après une trempe rapide depuis 860°C respectivement.

II - 3.2 Interprétation quantitative :

Nous retrouvons sur la figure 14 les divergences entre les états de référence et l'état désordonné, mais nous voyons aussi, ce qui échappait à notre attention lors de l'examen des chiffres, une similitude entre les triangles ABC et A'B'C'. Nous notons d'une part le parallélisme des côtés homologues et pratiquemment ABC et A'B'C' pourraient se déduire l'un de l'autre par translation. Nous pouvons attribuer les légers écarts dimensionnels à la différence des temps de traitement ou à la différence des vitesses de trempe.

La théorie phénoménologique permet en effet de relier les distances AB, BC, CA aux coefficients F et G de l'expression déjà citée :

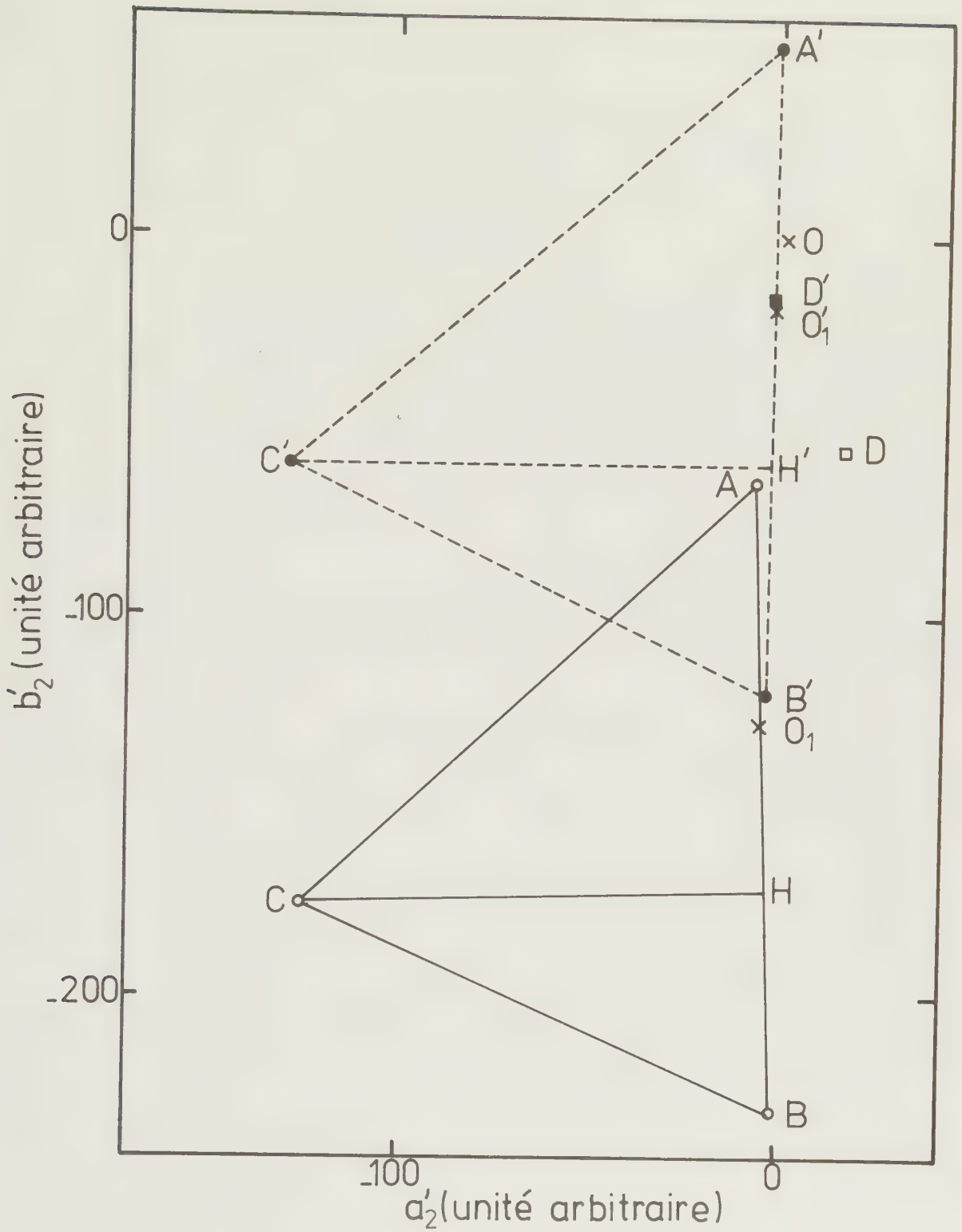
$$E_u = -F \sum_i \alpha_i^2 \alpha_i'^2 - G \sum_{i \neq j} \alpha_i \alpha'_i \alpha_j \alpha'_j \qquad (4)$$

La direction <001> étant prise pour origine dans le plan $(1\bar{1}0)$, les couples d'anisotropie induite correspondants aux traitements suivant les directions <001>, <110> et <111> sont respectivement :

$$\Gamma_{100} = F \sin. 2\theta \qquad (37)$$

$$\Gamma_{110} = -\left(\frac{F}{2} + \frac{G}{4}\right) \sin. 2\theta \qquad (38)$$

fig 14


A'
0
O
D'
O'1
C'
H'
D
A
-100
B'
O1
C
H
-200
B
-100
0
b'2 (unité arbitraire)
a'2 (unité arbitraire)

$$\Gamma_{111} = -\frac{G}{6} \sin.2\theta + \frac{G\sqrt{2}}{3} \cos.2\theta \qquad (39)$$

Par conséquent :

$$AB = \frac{3F}{2} + \frac{G}{4} \qquad (40)$$

$$CH = \frac{G\sqrt{2}}{3} \qquad (41)$$

$$HA = 2HB = F + \frac{G}{6} \qquad (42)$$

D'autre part, sur la figure 14 les points O_1 et O_1' sont tels que $O_1A = O_1'A' = F$ et $CO_1 = C'O_1' = \frac{G}{2}$ et représentent les états de désordre parfait déterminés cette fois par référence aux triangles.

Les différences de position des points O, O_1, O_1', D et D' ne s'interprètent pas facilement et nous reviendrons sur ce point au chapitre 4.

II - 3.3 Résultats :

Si l'on considère seulement les triangles, l'ensemble des manipulations constitue un ensemble cohérent dont il est possible d'extraire deux informations.

II - 3.3.1 Détermination de F et G

Les valeurs attribuées à F et G, par cette méthode ont été déterminées en fonction de la température de mesure et de la température de traitement et constituent le tableau 6.

T' étant fixé, il subsiste une variation du rapport $\frac{G}{F}$ en fonction de T : ce qui s'interprète, dans une théorie de paires, par une évolution différente de l'influence des seconds voisins par rapport à celles des plus proches voisins.

En outre ce rapport est pratiquement toujours supérieur à la valeur 4. Les travaux d'IWATA (8) concernent en particulier l'influence des phénomènes de précipitation ou de tendance à l'ordre ordinaire sur l'établissement de l'ordre directionnel. Le calcul prévoit que le rapport $\frac{G}{F}$ est supérieur à 4 lorsqu'il existe une tendance à la précipitation. Malheureusement il n'existe pas de confirmation expérimentale de ce fait concernant les alliages nickel-cobalt qui présentent les pro-

TABLEAU 6

Temp^re Traitement	Temp^re Mesure	G	F	G/F	K_u <100>	K_u <110>	K_u <111>
450°C	20°C	16 140	4 016	4,01	4 016	6 040	8 070
	100°C	15 800	3 800	4,15	3 815	5 860	7 900
	200°C	14 530	3 260	4,45	3 260	5 260	7 260
	300°C	13 170	2 825	4,65	2 825	4 700	6 585
	400°C	11 350	2 360	4,80	2 360	4 020	5 675
510°C	20°C	12 800	3 150	4,07	3 150	4 775	6 400
	100°C	12 440	3 007	4,13	3 010	4 615	6 220
	200°C	11 535	2 526	4,55	2 530	4 150	5 770
	300°C	10 350	2 300	4,50	2 300	3 740	5 180
	400°C	9 355	1 865	5,01	1 865	3 270	4 680
590°C	20°C	9 630	2 077	4,63	2 080	3 450	4 820
	100°C	9 400	1 926	4,87	1 930	3 320	4 700
	200°C	8 846	1 755	5,02	1 750	3 090	4 420
	300°C	7 810	1 495	5,22	1 500	2 700	3 900
	400°C	6 813	1 288	5,27	1 290	2 350	3 400

priétés d'une solution solide régulière.

II - 3.3.2 Energie induite :

Le tableau 6 indique également le coefficient K_u de la relation (33) de l'énergie induite en fonction de la direction de traitement et des températures T et T'.

La comparaison avec la théorie de M. YAMAMOTO et S. TANIGUCHI est établie à l'aide des figures 15 et 16.

Sur la figure 15 sont reportés les résultats correspondant à l'axe <111> pour lequel l'énergie est élevée et par conséquent où la précision est la plus grande.

Il apparaît clairement que le meilleur accord entre les points obtenus et une loi en M^n ne correspond pas à la valeur n = 2 de la théorie, mais plutôt n = 4. Nous avons porté en abcisse sur la figure 15 les valeurs de l'aimantation réduite $\frac{M}{M_a}$, M_a désignent la valeur mesurée à l'ambiante pour les valeurs n = 2, n = 4 et n = 6. Le désaccord avec une loi en puissance sur la figure 16 se manifeste par une courbure systématique de chaque isotherme de mesure. La courbure est surtout accentuée pour les traitements effectués à 590°C. Il nous paraît raisonnable que, à cette température, il y ait un écart entre la température de traitement et celle du traitement "efficace" compte tenu du volume de l'échantillon et des conditions de refroidissement. La valeur n = 2 correspondrait à des mesures d'énergie systématiquement en-dessous de la valeur théorique, donc inexplicable par un défaut de la trempe.

Une valeur n nettement supérieure à 4 s'interprèterait par une trempe de très mauvaise qualité. La courbure des différents isothermes correspond à une pente moyenne intermédiaire entre 2 et 4, la valeur 4 semble plus sûre puisqu'elle est affectée aux traitements effectués à basse température, 450°C et 510°C.

La comparaison entre les résultats expérimentaux et les prévisions théoriques nous semble donc présenter des divergences très importantes. Cependant, afin d'apporter une preuve certaine du fait que ces divergences ne peuvent être interprètées par des défauts de trempe, nous avons effectué un certain nombre de contrôles dans une étude dynamique des phénomènes.

fig 15

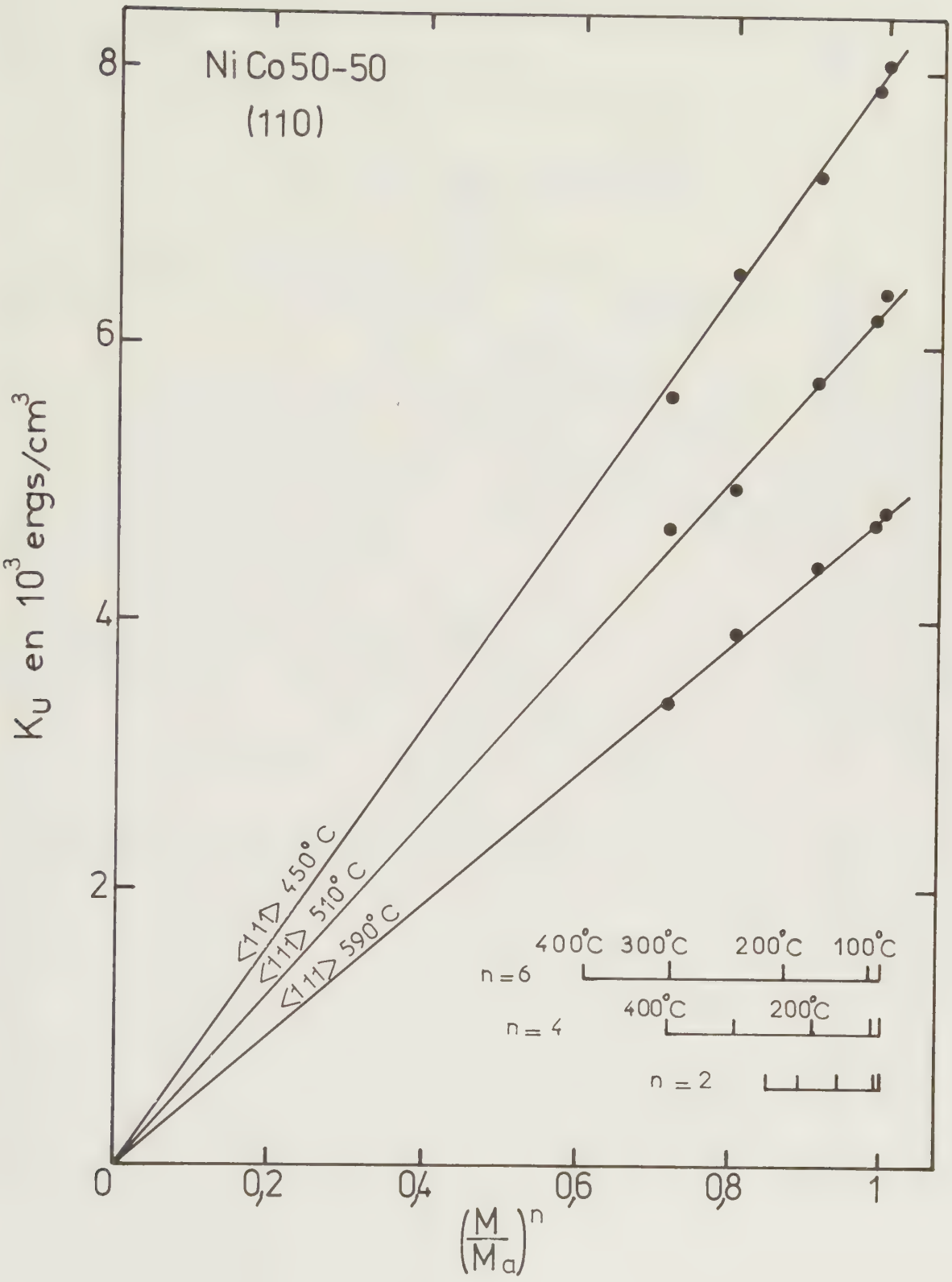
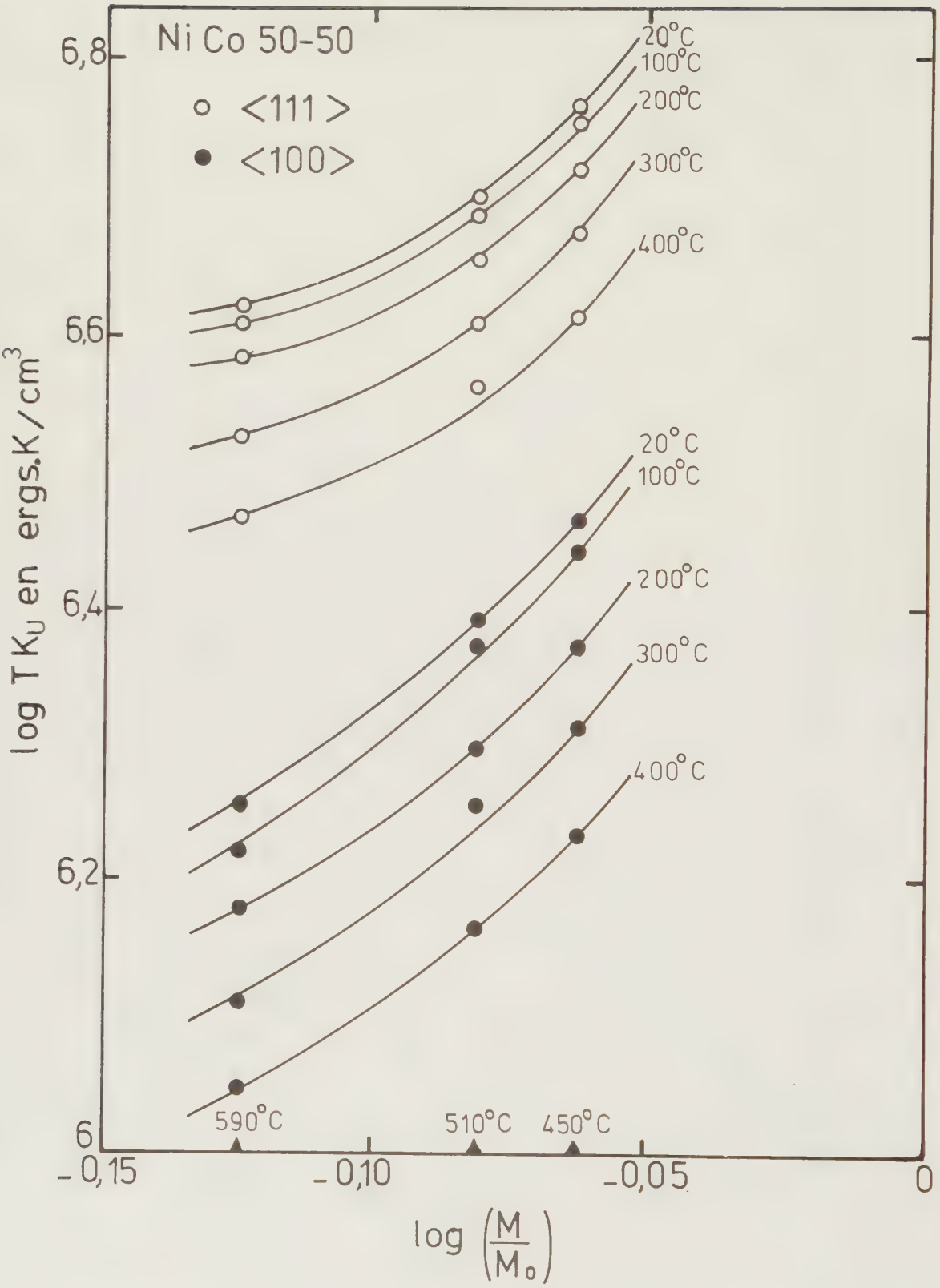

NiCo 50-50
(110)
8
6
4
2
0
0,2
0,4
0,6
0,8
1
K_u en 10^3 ergs/cm^3
$\left(\frac{M}{M_a}\right)^n$
<111> 450°C
<111> 510°C
<111> 590°C
400°C 300°C 200°C 100°C
n = 6
400°C 200°C
n = 4
n = 2

fig 16


Ni Co 50-50
o <111>
● <100>
20°C
100°C
200°C
300°C
400°C
20°C
100°C
200°C
300°C
400°C
590°C
510°C
450°C
6,8
6,6
6,4
6,2
6
- 0,15
- 0,10
- 0,05
0
log T K_U en ergs.K/cm³
log (M/M₀)

CHAPITRE IV

ETUDE DYNAMIQUE

I-POSITION DU PROBLEME

Au cours des chapitres précédents, nous avons rencontré fréquemment quelque difficulté d'interprétation. Nos résultats étant souvent en contradiction avec les théories existantes ou les résultats antérieurs, nous devons effectuer un certain nombre de contrôles permettant précisément de justifier la validité de nos résultats. Il est clair que toutes nos expériences sont conditionnées par la dynamique des phénomènes de diffusion.

Au cours du chapitre III, nous avons été amenés à faire abstraction de l'état de référence : nous vérifierons donc que le résultat d'un traitement suffisamment long ne dépend pas de l'état antérieur.

Nous avons également souvent mis en doute l'efficacité des trempes. Nous chercherons à préciser cette question.

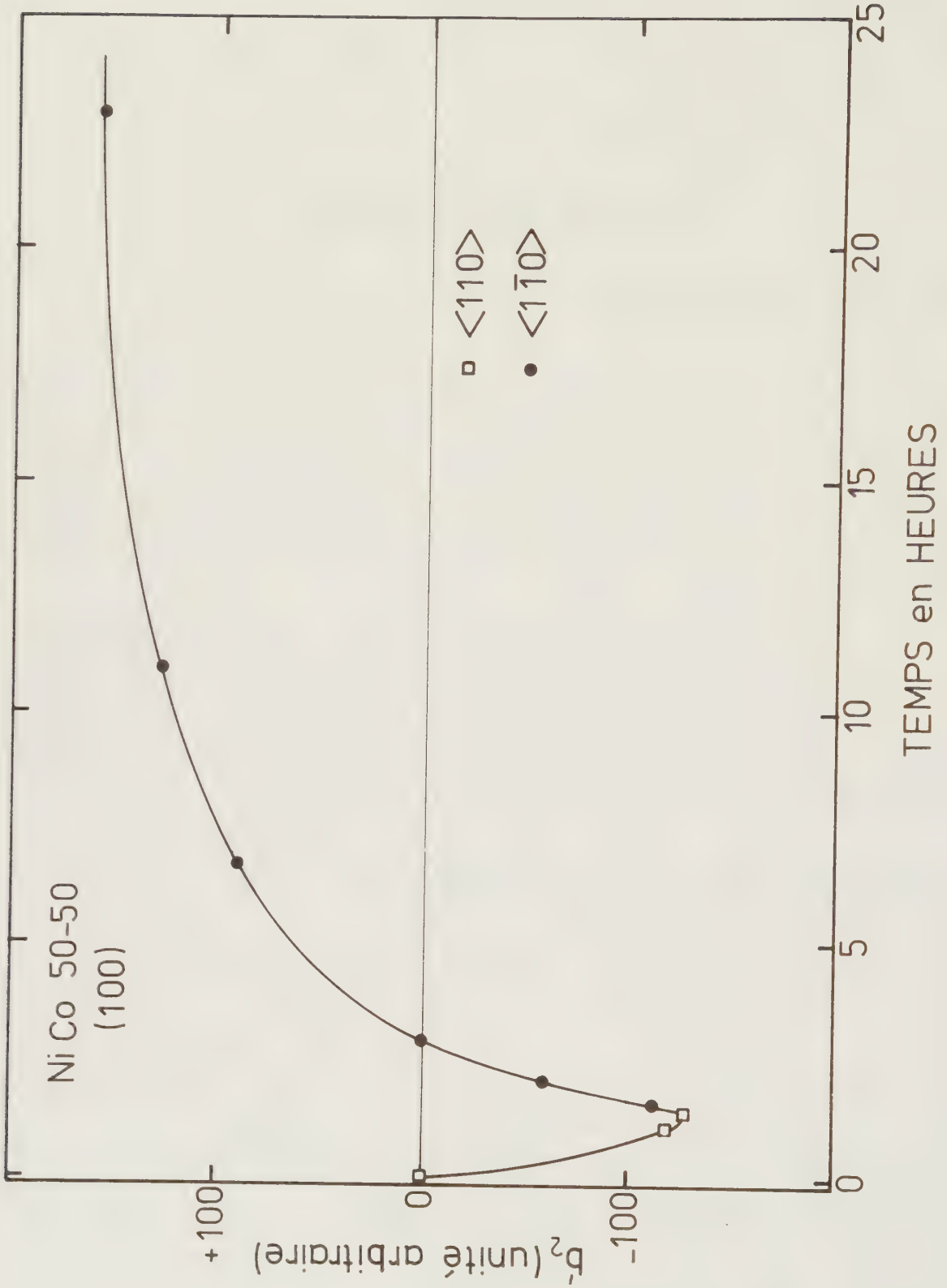
II-INFLUENCE DES ETATS ANTERIEURS

II - 1 EXPERIENCE 1 :

Nous avons soumis un échantillon Ni Co 50-50 à un recuit de 30 mn à 860°C suivi d'une trempe rapide.

Ensuite, dans un plan (100) nous avons effectué deux séries de traitements cumulatifs, l'une suivant l'axe <110>, l'autre suivant $<1\bar{1}0>$, à la même température. Les énergies obtenues sont tout à fait comparables, mais la vitesse d'évolution est assez différente (Cf. fig. 17). Elle est plus rapide au cours de la première série, c'est-à-dire après une trempe à température élevée. Nous pensons que le nombre de défauts créés -ou retenus- par la trempe initiale a favorisé une plus rapide diffusion, mais inversement la suite des recuits a en quelque sorte annihilé un certain nombre de défauts d'où l'établissement de l'ordre plus lent au cours de la seconde série de traitements.

fig 17


Ni Co 50-50
(100)
□ <110>
● <1$\bar{1}$0>
+100
0
-100
b_2 (unité arbitraire)
0
5
10
15
20
25
TEMPS en HEURES

II - 2 SECONDE EXPERIENCE :

Il nous a semblé également intéressant de contrôler le processus de "migration" de la direction d'anisotropie uniaxiale.

Nous avons alors effectué dans le plan (110) la suite de traitements suivants, dans cet ordre :

1 - à 450°C, suivant l'axe <111> ; durée 18 H

2 - à 450°C, suivant l'axe $\langle\bar{1}\bar{1}1\rangle$; durées successives : 30 mn, 1 H 15 mn, 3 H, 5 H, 21 H.

3 - à 600°C, suivant l'axe <111>; durée 45 mn

4 - à 450°C, suivant l'axe $\bar{1}\bar{1}1$; durées successives : 15 mn, 2 H 15 mn, 4 H.

En adoptant la même représentation qu'en III - B, à l'état obtenu au temps t correspond un vecteur $\vec{A}_{(t)}$ (fig. 18)

Nous constatons que les extrémités des vecteurs $\vec{A}_{(t)}$ sont alignées pour chaque série de traitements cumulatifs. En outre nous observons bien que les vecteurs correspondant à l'état d'équilibre suivant <111> et $\langle\bar{1}\bar{1}1\rangle$ dont symétriques par rapport à la direction <100> prise pour référence des termes en sin2θ.

Nous pouvons donc écrire

$$\vec{A}_{(t)} - \vec{A}_{(0)} = f_{(t)} \left[\vec{A}_{(\infty)} - \vec{A}_{(0)}\right] \qquad (43)$$

avec $f_{(t)} = o$ pour $t = o$ et $f_{(t)} = 1$ pour $t \to \infty$

La fonction $f_{(t)}$ a été représentée sur la figure 19 pour les deux séries d'expériences mettant en évidence une fois de plus l'influence des états antérieurs sur la cinétique de diffusion : la courbe en trait plein est relative au premier traitement à 450°C, la courbe en pointillé correspond au cas où le traitement antérieur a eu lieu à 600°C.

II - 3 CONCLUSION :

Ces quelques expériences viennent à l'appui de la proposition énoncée dès le début de ce travail, à savoir qu'il peut être préférable de réaliser une suite de traitements suivant certaines directions cristallographiques plutôt que rechercher un état désordonné par l'intermé-

fig 18

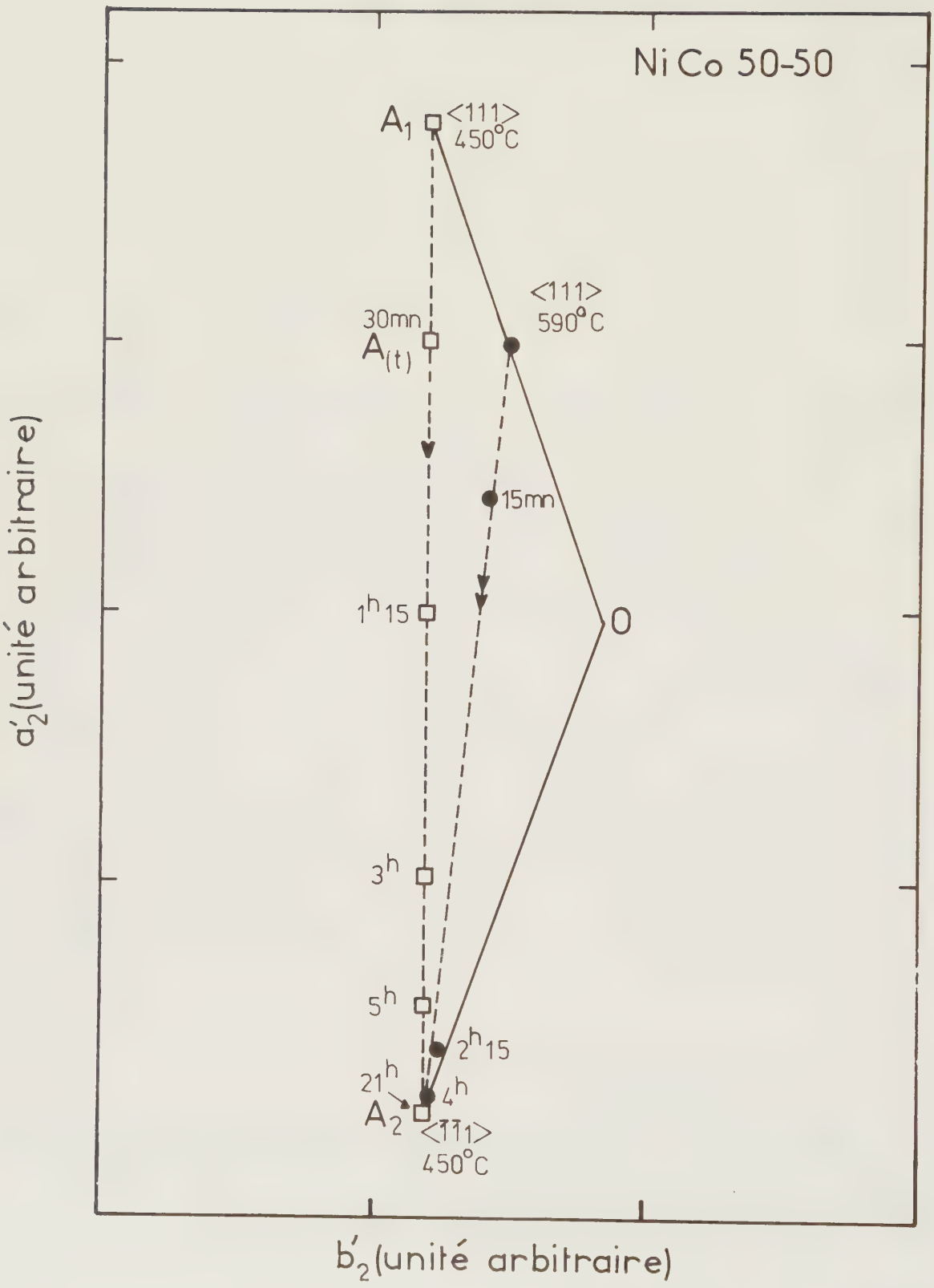
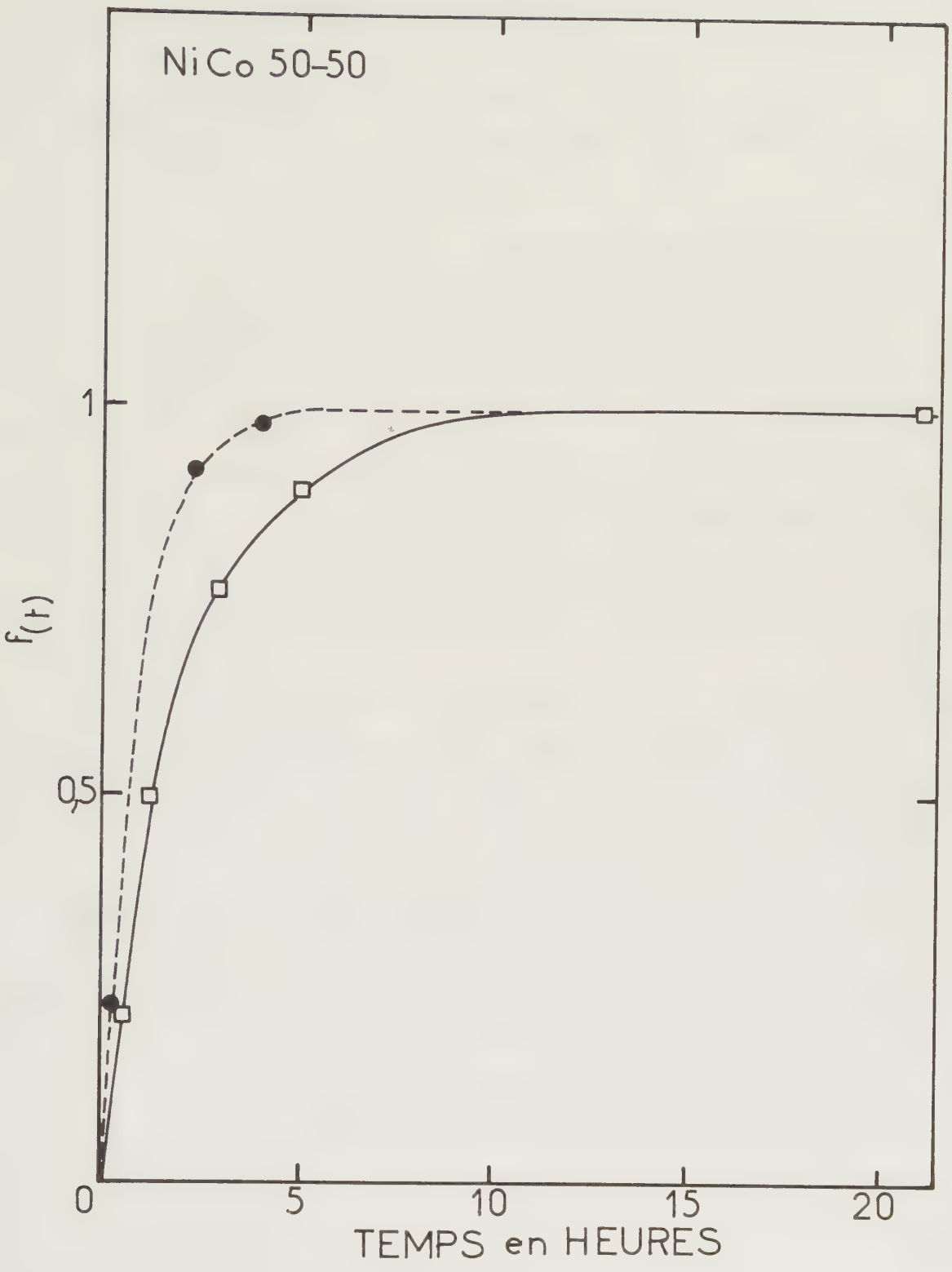

Ni Co 50-50
A1
<111>
450°C
<111>
590°C
30mn
A(t)
15mn
1h15
O
3h
5h
2h15
21h
4h
A2
<111>
450°C
a'2(unité arbitraire)
b'2(unité arbitraire)

fig 19



diaire d'une trempe rapide depuis la température de CURIE. Techniquement, nous nous rapprochons d'autant plus d'une trempe correcte que la température initiale est plus basse. Il suffit alors de s'assurer que la durée du traitement thermomagnétique est suffisante. L'énergie induite par un recuit suffisamment long sous champ est indépendante des états antérieurs, par contre la cinétique d'établissement de l'ordre directionnel en dépend fortement.

III-EFFICACITE DES TREMPES

L'information recueillie à l'aide des fonctions $f_{(t)}$ de la figure 19 n'est exploitable directement que si la trempe est efficace pour chacune des expériences intermédiaires. Lorsque le traitement est effectué à 450°C, il est vraisemblable que nous sommes dans de bonnes conditions expérimentales. A partir de quelle température est-il nécessaire de corriger le résultat obtenu de façon importante et est-il seulement possible d'effectuer cette correction ?

Nous avons à priori deux moyens d'aborder ce problème :

- ou envisager une étude systématique, et fort longue, en faisant varier et la température initiale, et la vitesse du refroidissement, ce qui, d'ailleurs, suppose que l'état initial du cristal soit toujours le même, condition pratiquement impossible à réaliser.

- ou procéder au calcul, par approximations successives, de la température efficace de l'échantillon au cours d'une trempe. Ceci suppose une information plus complète sur les constantes de temps de diffusion.

III - 1 ETUDE PREALABLE DE LA CINETIQUE DE DIFFUSION :

Afin de choisir le domaine de température utilisable pour des traitements thermomagnétiques, nous avions au préalable recherché un ordre de grandeur des constantes de temps de diffusion. Il suffisait de noter l'évolution du couple d'anisotropie au cours du temps, consécutive au changement de direction du champ magnétique. Le tour complet de l'électroaimant exigeait 36 minutes et par conséquent nous ne pouvions déceler que des constantes de temps supérieures à 5 mn environ. Depuis, le dispositif de rotation a été modifié et permet le positionnement en moins de 10 secondes par exemple pour un écart de l'ordre de 50° (passage dans le plan $(1\bar{1}0)$ de la direction <001> à <111> par exemple.

III - 1.1 Procédé expérimental :

Nous enregistrons le couple d'anisotropie Γ au cours des expériences suivantes, l'échantillon étant maintenu à température constante :

1 - Recuit de durée θ, le champ magnétique ayant la direction D_o

2 - Rotation rapide qui amène le champ suivant la direction D_1

3 - Recuit de durée θ_1 dans cette position

4 - Rotation jusqu'à une direction D_2,... et ainsi de suite.

Nous avons en quelque sorte remplacé une trempe thermique, changement rapide de température, par un changement rapide d'orientation. Du point de vue expérimental, l'avantage de cette technique est sa facilité de contrôle et de mise en oeuvre. Elle présente cependant un certain nombre d'inconvénients :

1 - L'ordre de grandeur des couples induits est faible puisqu'ils sont mesurés à température relativement élevée. Aussi est-il nécessaire d'éviter la superposition du couple d'anisotropie magnétocristalline ordinaire qui est beaucoup plus important. Ceci nous oblige par conséquent à opérer suivant les directions de symétrie cristallographique.

2 - Pendant la durée t_o de rotation, il y a déjà une évolution de l'ordre directionnel qui reste inconnue, dont nous n'avons qu'une idée imprécise en observant la courbure de l'enregistrement obtenu lorsque $t > t_o$.

3 - L'état d'équilibre thermodynamique est caractérisé par une valeur constante de Γ et pour les grandes constantes de temps, il est difficile de déterminer cette valeur asymptotique. Toutefois, celle-ci ne présente vraiment d'intérêt que pour des températures auxquelles la diffusion est rapide puisque notre objectif est de situer l'efficacité d'une trempe consécutive à un recuit.

III - 1.2 Exploitation des courbes obtenues :

III - 1.2.1 Position du problème :

Nous avons ensuite cherché à extraire des enregistrements obtenus une information plus précise sur les constantes de temps "efficaces", c'est-à-dire celles qui caractérisent les processus responsables de la plus grande partie de l'énergie mise en oeuvre.

Un calcul rapide avec deux constantes de temps $\tau_1 = \frac{1}{\alpha_1}$ et $\tau_2 = \frac{1}{\alpha_2}$ nous donnait déjà une assez bonne représentation de Γ sous la forme

$$\Gamma \simeq A_1(1 - e^{-\alpha_1 t}) + A_2(1 - e^{-\alpha_2 t}) \qquad (44)$$

Aussi avons-nous pensé qu'une suite d'exponentielles devait fournir une bonne approximation d'ensemble de la courbe obtenue. Mais ayant toujours à l'esprit le but de cette étude, nous n'envisagions pas de méthode de calcul très longue ou très élaborée. D'où l'idée de passer à trois exponentielles seulement : nous devions toutefois vérifier que la "solution" retenue était assez bien définie d'une part, et avait quelque vraisemblance. En particulier les constantes τ susceptibles de représenter un phénomène de diffusion sont positives.

III - 1.2.2 Aperçu des techniques de calcul :

Partant d'une courbe Γ expérimentale, la recherche des six coefficients A_i et α_i (i = 1, 2, 3) peut être envisagée de plusieurs manières :

1 - Ajustement par moindres carrés après avoir linéarisé le problème.

2 - Recherche de la solution la plus probable par la recherche des coefficients A_i et α_i conduisant à un résidu minimum (méthode dite du simplexe). Cette méthode diffère de la précédente par l'absence de linéarisation. Elle présente par contre l'inconvénient d'être très lentement convergente lorsque les valeurs A_{io} et α_{io} prises pour points de départ du calcul sont assez différentes de la solution trouvée.

3 - Méthode de résolution d'équations différentielles :

Si $y = \sum_{n=1}^{n=3} A_n(1 - e^{-\alpha_n t})$, α_n est racine d'une équation du troisième degré et par conséquent y est solution d'une équation différentielle du troisième ordre à coefficients constants :

$$\lambda y^{(3)} + \mu y^{(2)} + \nu y^{(1)} + 1 = 0 \qquad (45)$$

λ, μ, ν sont déterminés par la connaissance de y, $y^{(1)}$, $y^{(2)}$ et $y^{(3)}$ en trois points. Il est ensuite facile de calculer α_n puis A_n. La diversification des solutions provient essentiellement des points choisis.

III - 1.2.3 Résultats :

Nous avons employé ces différentes méthodes de calcul, mais les résultats sont assez décevants. En particulier le critère imposé pour les α_n ($\alpha_n > o$) n'est pas vérifié et nous avons donc trouvé une multiplicité de solutions qui techniquement permettent de retrouver la courbe Γ avec une précision convenable, mais auxquelles nous ne pouvons accorder foi : valeurs différentes des α_i, A_i avec α_i positif, négatif ou complexe.

A ce stade des résultats, un complément de discussion s'impose :

- doit-on incriminer le choix des méthodes utilisées.
- ou alors l'échec provient-il de ce que le modèle proposé est trop simpliste.

De manière à tester la validité des méthodes, nous les avons appliquées à une courbe Γ_c calculée correspondant au modèle recherché.

$$\Gamma_c = \sum_{n=1}^{n=3} A_n(1-e^{-\alpha_n t}) \qquad (46)$$

avec $A_1 = 5$ $A_2 = 10$ $A_3 = 13$
$\alpha_1 = 0,30$ $\alpha_2 = 0,16$ $\alpha_3 = 0,08$

Nous avons alors utilisé un programme de calcul permettant d'obtenir la suite des dérivées nécessaires d'après la connaissance de $y_{(t)}$ en une suite discrète de points répartis sur la courbe.

Nous pouvons rapidement analyser les résultats à l'aide des tableaux 7 - 8 - 9 ci-joints. Chaque tableau comporte 4 groupes de 3 lignes correspondant à :

1ère ligne : rang du point choisi X_o
valeur du couple "expérimental" et du couple calculé. Nous précisons ici que la valeur du couple "expérimental" est obtenue après suppression, ou arrondi au plus proche, d'un certain nombre de décimales de la valeur théorique calculée à l'ordinateur.

2ème ligne : valeur des dérivées premières, secondes, troisièmes,... calculées à partir de ces données dites expérimentales.

3ème ligne : valeur des dérivées théoriques.

Enfin au bas du tableau, la valeur asymptotique et les racines α_n trouvées. L'examen de ces racines appelle les conclusions suivantes :

TABLEAU 7

RANG DES POINTS CHOISIS
4 7 10 15

X0EXP	Y0EXP	Y0CAL	Y0EXP-Y0CAL	
.30000000$+01	.95531555$+01	.95530744$+01	.81181526$-04	
Y1CAL	Y2CAL	Y3CAL	Y4CAL	Y5CAL
.24180040$+01	-.40659161$+00	.85441081$-01	-.21693512$-01	.57775365$-02
Y1THE	Y2THE	Y3THE	Y4THE	Y5THE
.24180009$+01	-.40681233$+00	.85468067$-01	-.20940194$-01	.56221720$-02

X0EXP	Y0EXP	Y0CAL	Y0EXP-Y0CAL	
.60000000$+01	.15300393$+02	.15300358$+02	.34570694$-04	
Y1CAL	Y2CAL	Y3CAL	Y4CAL	Y5CAL
.15041130$+01	-.22379495$+00	.42106415$-01	-.98504673$-02	.24999824$-02
Y1THE	Y2THE	Y3THE	Y4THE	Y5THE
.15041117$+01	-.22388786$+00	.42117265$-01	-.95334217$-02	.24362330$-02

X0EXP	Y0EXP	Y0CAL	Y0EXP-Y0CAL	
.90000000$+01	.18966916$+02	.18966901$+02	.15020370$-04	
Y1CAL	Y2CAL	Y3CAL	Y4CAL	Y5CAL
.98611524$+00	-.13135393$+00	.22013565$-01	-.46695834$-02	.11104861$-02
Y1THE	Y2THE	Y3THE	Y4THE	Y5THE
.98611502$+00	-.13139377$+00	.22017128$-01	-.45337388$-02	.10857186$-02

X0EXP	Y0EXP	Y0CAL	Y0EXP-Y0CAL	
.14000000$+02	.22618800$+02	.22618797$+02	.30994415$-05	
Y1CAL	Y2CAL	Y3CAL	Y4CAL	Y5CAL
.53215783$+00	-.61138381$-01	.85563977$-02	-.15127422$-02	.31268291$-03
Y1THE	Y2THE	Y3THE	Y4THE	Y5THE
.53215796$+00	-.61147865$-01	.85566615$-02	-.14787448$-02	.30772509$-03

COEFFICIENTS DE L'EQUATION DU 3EME DEGRE			ASYMPTOTE
-.21975827$+02	-.13920035$+03	-.25635666$+03	.27996411$+02

NOMBRE DE RACINES REELLES ALPHA1 ALPHA2 ALPHA3 3
-.30174302$+00 -.16091245$+00 -.80339389$-01

TABLEAU 8

RANG DES POINTS CHOISIS
4 7 10 15

X0EXP	Y0EXP	Y0CAL	Y0EXP-Y0CAL	
.30000000$+01	.95530000$+01	.95532000$+01	-.20003319$-03	
Y1CAL	Y2CAL	Y3CAL	Y4CAL	Y5CAL
.24175500$+01	-.40658331$+00	.86500047$-01	-.21800038$-01	.39998870$-02
Y1THE	Y2THE	Y3THE	Y4THE	Y5THE
.24180009$+01	-.40681233$+00	.85468067$-01	-.20940194$-01	.56221720$-02

X0EXP	Y0EXP	Y0CAL	Y0EXP-Y0CAL	
.60000000$+01	.15300000$+02	.15300400$+02	-.40018558$-03	
Y1CAL	Y2CAL	Y3CAL	Y4CAL	Y5CAL
.15039001$+01	-.22400006$+00	.42499880$-01	-.95999491$-02	.20001972$-02
Y1THE	Y2THE	Y3THE	Y4THE	Y5THE
.15041117$+01	-.22388786$+00	.42117265$-01	-.95334217$-02	.24362330$-02

X0EXP	Y0EXP	Y0CAL	Y0EXP-Y0CAL	
.90000000$+01	.18967000$+02	.18966900$+02	.10013580$-03	
Y1CAL	Y2CAL	Y3CAL	Y4CAL	Y5CAL
.98640002$+00	-.13141657$+00	.21499907$-01	-.46001201$-02	.20002050$-02
Y1THE	Y2THE	Y3THE	Y4THE	Y5THE
.98611502$+00	-.13139377$+00	.22017128$-01	-.45337388$-02	.10857186$-02

X0EXP	Y0EXP	Y0CAL	Y0EXP-Y0CAL	
.14000000$+02	.22619000$+02	.22619300$+02	-.29993057$-03	
Y1CAL	Y2CAL	Y3CAL	Y4CAL	Y5CAL
.53211659$+00	-.61499913$-01	.82501789$-02	-.12001040$-02	.99968615$-03
Y1THE	Y2THE	Y3THE	Y4THE	Y5THE
.53215796$+00	-.61147865$-01	.85566615$-02	-.14787448$-02	.30772509$-03

COEFFICIENTS DE L'EQUATION DU 3EME DEGRE			ASYMPTOTE
-.13815726$+02	-.37054665$+02	.24994555$+01	.27671397$+02

NOMBRE DE RACINES REELLES ALPHA1 ALPHA2 ALPHA3 3

-.26694340$+00	-.98663737$-01	.15190702$+02

TABLEAU 9

RANG DES POINTS CHOISIS
4 7 10 15

X0EXP	Y0EXP	Y0CAL	Y0EXP-Y0CAL	
.30000000$+01	.14800000$+02	.14920000$+02	-.12000012$+00	
Y1CAL	Y2CAL	Y3CAL	Y4CAL	Y5CAL
.23483332$+01	-.57500005$+00	.27500011$+00	-.77999993$+00	.69999987$+00
Y1THE	Y2THE	Y3THE	Y4THE	Y5THE
.24180009$+01	-.40681233$+00	.85468067$-01	-.20940194$-01	.56221720$-02

X0EXP	Y0EXP	Y0CAL	Y0EXP-Y0CAL	
.60000000$+01	.19400000$+02	.19440000$+02	-.39999723$-01	
Y1CAL	Y2CAL	Y3CAL	Y4CAL	Y5CAL
.75166655$+00	-.27499991$+00	.30000026$+00	-.60000094$-01	-.20000039$+00
Y1THE	Y2THE	Y3THE	Y4THE	Y5THE
.15041117$+01	-.22388786$+00	.42117265$-01	-.95334217$-02	.24362330$-02

X0EXP	Y0EXP	Y0CAL	Y0EXP-Y0CAL	
.90000000$+01	.21200000$+02	.21180000$+02	.19999981$-01	
Y1CAL	Y2CAL	Y3CAL	Y4CAL	Y5CAL
.43833320$+00	-.58333374$-01	.75000363$-01	-.19999935$-01	-.10000065$+00
Y1THE	Y2THE	Y3THE	Y4THE	Y5THE
.98611502$+00	-.13139377$+00	.22017128$-01	-.45337388$-02	.10857186$-02

X0EXP	Y0EXP	Y0CAL	Y0EXP-Y0CAL	
.14000000$+02	.22800000$+02	.22865000$+02	-.65000057$-01	
Y1CAL	Y2CAL	Y3CAL	Y4CAL	Y5CAL
.21333340$+00	-.13749997$+00	-.87500117$-01	.89999964$-01	.15000013$+00
Y1THE	Y2THE	Y3THE	Y4THE	Y5THE
.53215796$+00	-.61147865$-01	.85566615$-02	-.14787448$-02	.30772509$-03

COEFFICIENTS DE L'EQUATION DU 3EME DEGRE			ASYMPTOTE
-.32536041$+01	-.18355706$+01	-.49699771$+01	.22871838$+02

NOMBRE DE RACINES REELLES ALPHA1 ALPHA2 ALPHA3 1

-.31553330$+00	.00000000$-22	.00000000$-22

1 - Lorsque les valeurs de y sont données avec 8 chiffres significatifs (Tableau 7) nous trouvons un excellent accord entre les valeurs de y, $y^{(1)}$, $y^{(2)}$, $y^{(3)}$ calculées et les valeurs théoriques associées. Il en résulte une excellente détermination des α_n. En outre les valeurs des α_n ne sont pas modifiées par le choix des points pourvu que l'allure générale de la courbe soit respectée. Cela signifie évidemment que la donnée de 8 chiffres significatifs permet de ne perdre que très peu d'information.

2 - Par contre, si nous limitons la précision à 5 chiffres significatifs (Tableau 8), nous notons déjà une très nette différentiation des résultats. En particulier, l'une des constantes α_n est devenue négative.

3 - Enfin, en se rapprochant des conditions expérimentales, c'est-à-dire avec seulement 3 chiffres significatifs (Tableau 9) nous ne retrouvons plus du tout les coefficients attendus.

Ces conclusions obtenues dans le cas simple de 3 constantes de temps s'appliquent bien entendu à la situation plus compliquée que représente l'existence d'un spectre étendu de constantes τ.

III - 1.2.4 A la recherche d'un remède...

Conscients de la perte d'information que représente la donnée de trois chiffres significatifs seulement, nous avons alors fait appel à la collaboration du Service de Mathématiques Appliquées de l'Université de Grenoble.

De l'avis des spécialistes, la recherche d'un critère de vraisemblance de telle ou telle solution au problème de "superposition" d'une courbe expérimentale et d'une courbe théorique est l'un des plus difficiles qui soient. Mais en outre, en se plaçant d'un point de vue purement technique mathématique, la détermination d'un spectre de fréquence à partir d'une courbe expérimentale nécessairement tronquée n'a pas reçu à l'heure actuelle de solution satisfaisante. Néanmoins, il subsistait peut être quelque espoir en utilisant, sur la courbe test, des procédés de lissage plus élaborés.

Nous avons utilisé les procédés suivants :

- la fonction spline d'ajustement qui permet de trouver une courbe Γ' passant par les points expérimentaux mais imposant certaines valeurs des dérivées.
- la fonction spline d'interpolation permettant au contraire

à Γ' de passer au voisinage des points expérimentaux avec un autre critère d'optimisation.

Les résultats restent tout aussi imparfaits quel que soit le procédé de lissage utilisé.

III - 1.2.5 Conclusions :

La plus élémentaire des conclusions consiste à dire que notre méthode de calcul a été mal choisie, et qu'une autre procédure, à découvrir, eût été plus satisfaisante.

Nous pensons, au contraire, que nous étions dans de bonnes conditions de contrôle d'un modèle. En particulier la dispersion des constantes de temps et des amplitudes était faible, ce qui permettait de garder assez longtemps une information valable quel que soit le choix des points de la courbe. Il va de soi que cet avantage n'existe plus dès qu'on étale le spectre.

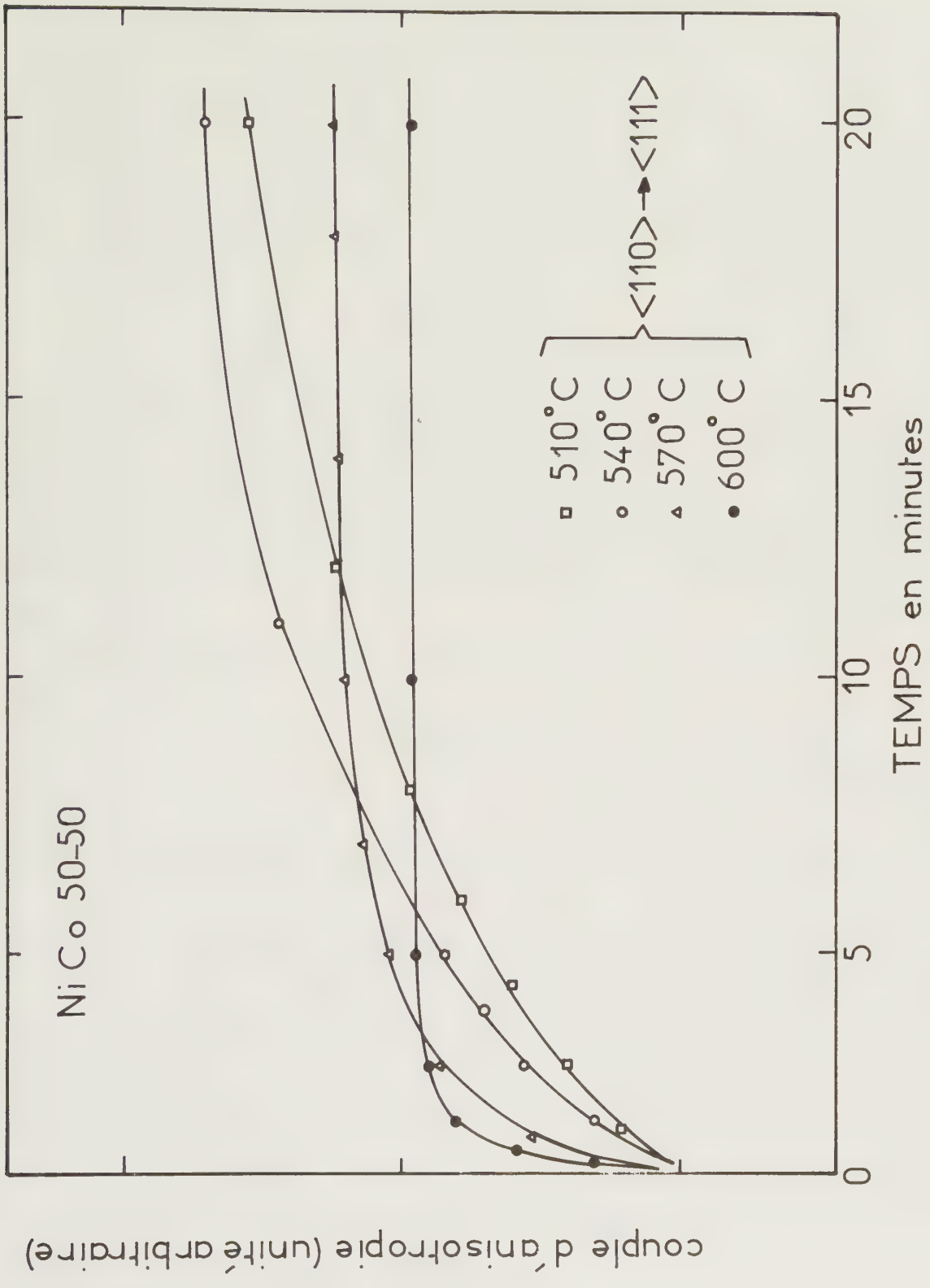
Il est important de noter que, même dans notre cas favorable, et quelle que soit la technique utilisée, il faut une précision supérieure à 10^{-5} pour retrouver ce modèle.

Dans le cas particulier des phénomènes de diffusion, il est bien connu qu'il existe un spectre étendu de constantes de temps. Notre conclusion est qu'il n'est pas possible de déterminer ce spectre à partir de la courbe expérimentale. Il existe bien sûr différentes solutions mathématiques permettant de retrouver avec une précision convenable les résultats expérimentaux, mais il est pratiquemment impossible de définir un critère de vraisemblance.

Dans ces conditions les différents enregistrements du couple d'anisotropie effectués aux températures de 510°C, 540°C, 570°C et 600°C dont la figure 20 donne une représentation ne gardent-ils qu'un caractère qualitatif.

On doit donc se contenter d'assimiler la courbe à une seule exponentielle dont la constante de temps varie rapidement avec la température, et utiliser ce modèle afin d'aborder le calcul d'efficacité d'un traitement thermomagnétique suivi de trempe.

fig 20


Ni Co 50-50
□ 510°C
○ 540°C
△ 570°C
● 600°C
<110> → <111>
0
5
10
15
20
TEMPS en minutes
couple d'anisotropie (unité arbitraire)

III - 2 MODELE MATHEMATIQUE SIMPLIFIE :

L'étude précédente nous a montré qu'il était impossible de déterminer expérimentalement le détail des processus de diffusion, mais l'allure des courbes obtenues montre que les phénomènes peuvent être décrits en première approximation par une cinétique du premier ordre avec une constante de temps τ très rapidement variable avec la température de traitement T'. Il paraît donc intéressant d'étudier mathématiquement l'efficacité des trempes et du refroidissement en champ tournant avec cette hypothèse simplificatrice : cinétique du premier ordre à une seule constante de temps $\tau_{(T')}$.

III - 2.1 Température effective de traitement :

Soit W_∞ (T') l'énergie induite à l'équilibre thermodynamique à la température T' et W l'énergie induite à l'instant t. A partir de l'instant t = 0 ($T' = T'_o$; $W = W_o$) l'échantillon, soumis à un champ suffisant pour le rendre monodomaine et fixer la direction de l'aimantation, est trempé à vitesse constante : $\frac{dT'}{dt} = -\beta$. En l'absence de champ, le calcul est valable à l'intérieur de chaque domaine puisque c'est la direction de $\vec{J}_s$ qui fixe la valeur de $W_\infty(T')$.

L'évolution de l'énergie induite est régie par l'équation

$$\frac{dW}{dt} + \frac{W}{\tau} = \frac{W_\infty(T')}{\tau} \qquad (47)$$

dont la solution est (Cf. Appendice I)

$$W_{(T'_1)} = \left[W_0 - \int_{T'_0}^{T'_1} W_\infty(T')\, f(T') \exp.\left[-\left(F_{(T')} - F_{(T'_0)}\right)\right] dT'\right] \exp.\left[F_{(T'_1)} - F_{(T'_0)}\right] \qquad (48)$$

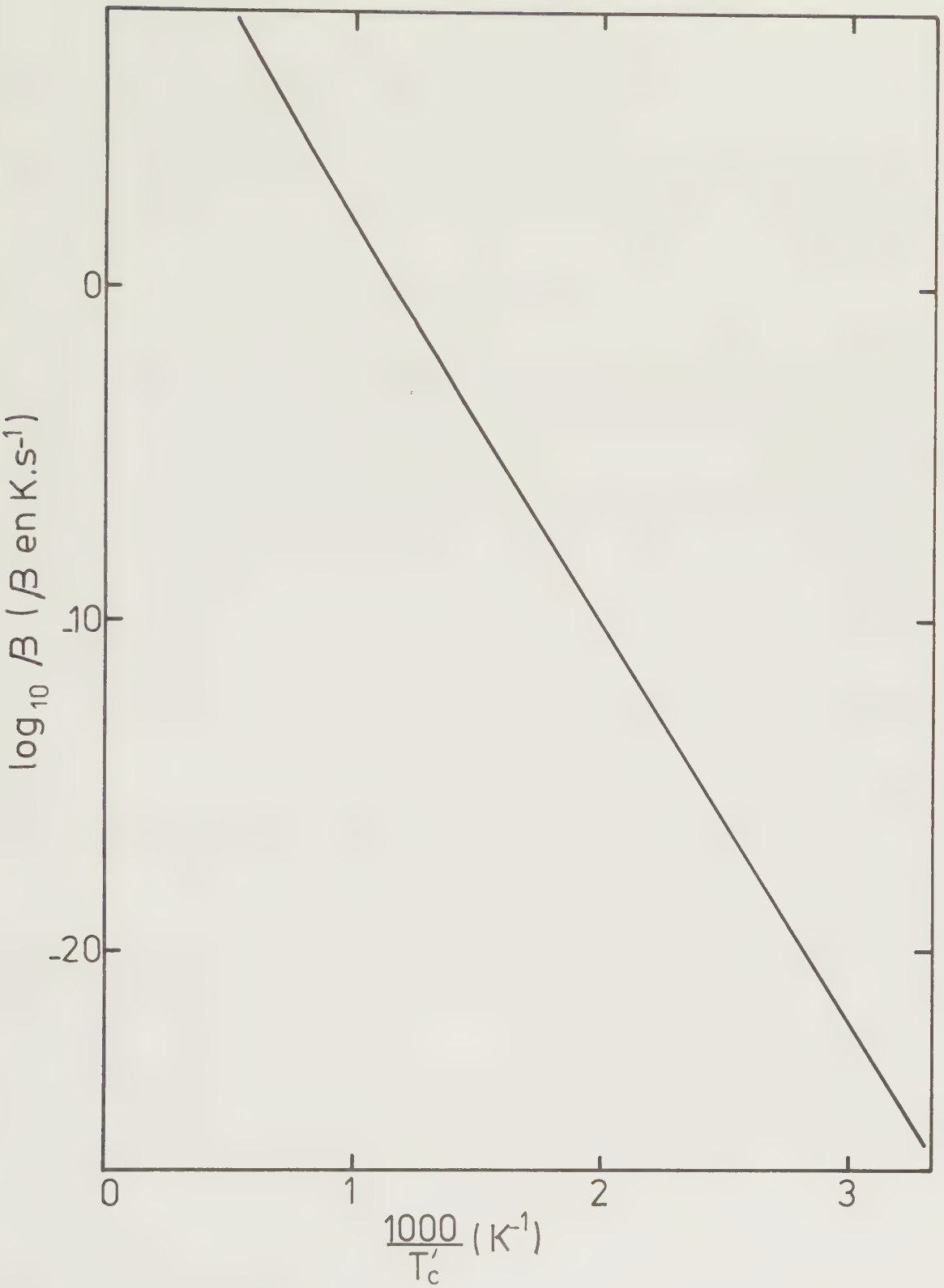
où T'_1 est la température finale suffisamment basse pour que les processus de diffusion soient inefficaces et $f(T') = \frac{dF(T')}{dT'} = \frac{1}{\beta\tau}$

Utilisant les résultats de l'appendice I avec $\tau_o = 10^{-12}$ s, α = 26730 K (ces valeurs donnent $\tau \simeq 20$ s à 600°C à partir de $\tau = \tau_o \exp \frac{\alpha}{T'}$, constituant un bon ordre de grandeur pour nos échantillons) on obtient, figure 21, la courbe donnant la température "critique" T'_c en fonction de la vitesse de trempe β.

Pour nos expériences, β = 200 K/mn d'où $T'_c \simeq 896$ K

Il est alors facile, à partir de l'appendice I, de traiter les cas suivants :

fig 21



1 - Trempe depuis une température T'_o supérieure à T'_c :

$T'_0 - T'_c > 100\,K$ conduit à

$$W_{(T'_1)} = W_\infty (T'_c) + \left(\frac{dW_\infty}{dT'}\right)_{T'_c} \cdot \frac{\gamma\, T'^2_c}{\alpha} \qquad (49)$$

Tout se passe comme si le traitement avait eu lieu à une température effective $T'_{eff.}$, suivi d'une trempe parfaite.

Par conséquent,

$$T'_{eff.} = T'_c - \frac{\gamma T'^2_c}{\alpha} \qquad (50)$$

Il est intéressant d'appliquer cette relation au cas envisagé par P. VILLEMAIN (41) qui utilisait pour l'étude de l'ordre dans les fer-cobalt des trempes extrêmement rapides avec β = 1 200 K sec^{-1}. Pour ses échantillons, α = 28 290 K d'où T'_c = 1 159K. Malgré la trempe extrêmement rapide, la température effective ne dépasse pas 1 132 K soit 859°C. Cette conclusion est en bon accord avec les évaluations graphiques de P. VILLEMAIN.

2 - Trempe depuis T'_c

La température effective est alors $T'_{eff} = T'_c - 0{,}7\,966\,\frac{T'^2_c}{\alpha}$

3 - Trempe depuis $T'_o < T'_c$

Le calcul conduit à

$$W_{(T'_1)} = W_0 \exp.(-a_0) + W_\infty(T'_0)\left[1 - \exp(-a_0)\right] - \frac{T'^2_0}{\alpha}\left(\frac{dW_\infty}{dT'}\right)_{T'_0}\left[\gamma + \text{Log}\, a_0 + E_1(a_0)\right] \qquad (51)$$

où $$a_0 = \frac{T'^2_0}{T'^2_c} \exp.\alpha\left(\frac{1}{T'_c} - \frac{1}{T'_0}\right) \qquad (52)$$

est toujours inférieur à 1.

Lorsque le temps de traitement à la température T'_o est suffisamment long,

$$W_{(T'_1)} = W_\infty(T'_0) + \left(\frac{dW_\infty}{dT'}\right)_{T'_0} \cdot \frac{T'^2_0}{\alpha} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n a_0^n}{n\,n!} \qquad (53)$$

et par conséquent

$$T'_{eff} = T'_0 - \frac{T'^2_0}{\alpha}\left[a_0 - \frac{a_0^2}{4} + \frac{a_0^3}{18} \cdots\right] \qquad (54)$$

La correction pour T'_o = 600°C est de 11° et devient négligeable si T'_o < 550°C.

Ce calcul confirme donc ce que nous avions établi expérimentalement à savoir que l'écart entre les résultats et les prévisions des théories de l'ordre directionnel n'est pas imputable à de mauvaises conditions de trempe et doit être considéré comme réel.

Il est intéressant de représenter graphiquement T'_{eff} en fonction de T'_o pour une vitesse de refroidissement donnée β fixant T'_c (fig. 22). Cette courbe montre que tout se passe autour de T'_c : dès que $T'_o - T'_c > 100K$, T'_{eff} est indépendant de T'_o et inversement si $T'_c - T'_o > 100K$, $T'_{eff} \simeq T'_o$.

III - 2.2 Refroidissement sous champ tournant :

Etudions dans le même modèle simplifié de cinétique de premier ordre l'effet d'un refroidissement en champ tournant dans le plan(110) Dans ce plan, lorsque l'équilibre thermodynamique est atteint, le couple a pour expression :

$$\Gamma_\infty(T,T') = \left(\frac{F_\infty}{4} - \frac{G_\infty}{8}\right)\sin.2\theta + \left(\frac{3F_\infty}{4} + \frac{G_\infty}{8}\right)\cos.2\theta'\sin.2\theta - \frac{G_\infty}{2}\sin.2\theta'\cos.2\theta \qquad (55)$$

où F_∞ et G_∞ sont fonction de T et T', θ et θ' les angles de l'aimantation avec la direction <100> pendant la mesure et le traitement respectivement.

Nous opérons un refroidissement défini par $\beta = -\frac{dT'}{dt}$ et $\theta' = \omega t$ depuis une température T'_o à laquelle les constantes de temps sont inférieures à $\frac{2\pi}{\omega}$, période de rotation du champ (pour nos expériences, β = 100K/heure et le champ effectue un tour en 30 secondes). L'expérience montre (chapitre III) que si l'on effectue un traitement dans une direction fixe θ'_2 consécutif à un traitement dans une direction θ'_1 , l'évolution du couple Γ d'anisotropie induite est représentée par une droite dans le système de coordonnées a'_2 , b'_2 , par conséquent

$$\Gamma = A\sin 2\theta + B\sin 2\theta + C\cos 2\theta \qquad (56)$$

Cela signifie que l'évolution des coefficients A, B et C est régie par une équation différentielle du premier ordre du type

fig 22

1
1
0
1
$\frac{T'_{eff}}{T'_c}$
$\frac{T'_o}{T'_c}$
$1-0{,}7966\ \frac{T'_c}{\alpha}$
$1-0{,}5772\ \frac{T'_c}{\alpha}$

$$\frac{dW}{dt} + \frac{1}{\tau} W = \frac{1}{\tau} W_{\infty}(T') \qquad (57)$$

où W est A, B ou C et W_∞ est $\frac{F\infty}{4} - \frac{G\infty}{8}$, $(\frac{3F\infty}{4} + \frac{G\infty}{8})\cos 2\theta'$ et $-\frac{G\infty}{2}\sin 2\theta'$ respectivement. Si le refroidissement a lieu jusqu'à une température T'_1 suffisamment basse pour qu'il n'y ait plus de diffusion, le coefficient $A_{(T'_1)}$ devient

$$A_{(T'_1)} = \frac{F_\infty(T'_{eff.})}{4} - \frac{G_\infty T(eff)}{8} \qquad (58)$$

avec la même définition de la température effective que précédemment. Pour les termes $B_{(T'_1)}$ et $C_{(T'_1)}$, l'appendice II montre que dans les conditions de nos expériences, ils sont tous deux négligeables. Le refroidissement en champ tournant conduit donc à une anisotropie induite non nulle caractérisée par $A_{(T'_1)}$. Dans les conditions de nos expériences, $\tau_o = 10^{-12}$s , $\alpha = 26\,730$K , $T'_o = 650$°C donc $T'_c = 778$K et $T'_{eff} = 765$K, soit 492°C.

Il est intéressant de noter que si $G_\infty = 2F_\infty$ (cas isotrope) on retrouve une anisotropie induite résiduelle nulle, après un refroidissement lent en champ tournant depuis une température supérieure à T'_c.

Ce résultat n'est cependant pas suffisant pour expliquer le décalage des triangles ABC et A'B'C' de la figure 14 et les positions respectives des points O, D, D', O_1 et O'_1. Nous pensons qu'il existe dans cet échantillon au moins deux types de processus de diffusion dont un seul est mis en jeu à la température de traitement utilisée (450°C), l'autre n'intervenant que si la température est nettement plus élevée. Cela explique que les deux triangles ABC et A'B'C' soient superposables malgré leur décalage important. La position des points O_1 et D est très différente de celle des points O'_1 et D'. D' est voisin de O'_1 car la trempe effectuée à partir de 860°C sans champ, conduit à de l'ordre induit dans chaque domaine. La différence avec O s'explique soit par des couples parasites, soit par un écart à la moyenne dans les processus haute température qui ne sont plus affectés par les traitements ultérieurs à 450°C. Par contre dans le refroidissement lent en champ tournant depuis $T'_o = 650$°C, s'il existe un processus dont la température T'_c n'est pas suffisamment inférieure à T'_o, alors les résultats de notre calcul ne s'appliquent plus et il subsiste donc une anisotropie significative dont nous ne pouvons malheureusement pas estimer l'ordre de grandeur, ni même la direction précise.

CONCLUSION

Nous disposions, dès le commencement de cette étude, d'un appareillage de mesures de couples relativement performant qui permettait de réaliser des traitements thermiques in situ, sans aucun déplacement de l'échantillon. Nous disposions également de méthodes d'exploitation de ces mesures parfaitement au point. Ces conditions paraissaient très favorables et nous pouvions espérer résoudre facilement le problème posé. C'est d'ailleurs la raison pour laquelle nous n'avons pas hésité à commencer par l'étude des fer-silicium bien que nous sachions que l'énergie d'anisotropie induite dans ces alliages était très faible.

Il résulte de ce mémoire que ce n'était pas si immédiat et que nous nous sommes en fait heurtés à de sérieuses difficultés. Cependant nous avons pu déterminer dans tous les alliages étudiés les "constantes" F et G qui décrivent phénoménologiquement l'ordre directionnel dans les cristaux cubiques. Les valeurs obtenues peuvent être considérées comme sûrement établies, même dans les alliages nickel-cobalt où nous avons rencontré les plus grandes difficultés mais pour lesquels nous avons pu confirmer les résultats par des méthodes expérimentales différentes.

Les désaccords que nous avons mis en évidence entre les résultats expérimentaux et les théories actuelles de l'ordre directionnel, mettent en relief l'insuffisance de celles-ci.

Les théories phénoménologiques de paires limitées aux premiers voisins conduisent à des valeurs du rapport $\frac{G}{F}$ très éloignées de celles trouvées dans le cas des fer-silicium (structure c.c.) et à des écarts significatifs pour les alliages nickel-cobalt (structure c.f.c.) bien que l'on soit toujours en droit de penser qu'il s'agit de solutions solides régulières. Il serait donc nécessaire d'étendre ce modèle aux seconds voisins, mais le problème statistique posé par les corrélations entre l'ordre des paires premiers voisins et celui des paires seconds voisins, reste extrêmement délicat.

Le modèle pseudo-dipolaire de TANIGUCHI ne permet pas d'inter-

prêter correctement les variations thermiques de l'énergie induite et nous retrouvons là le même problème que celui posé par les variations thermiques de l'anisotropie ordinaire, problème qui n'a toujours pas reçu de solution satisfaisante dans le cas des métaux 3d.

Nous avons par ailleurs mis en évidence un certain nombre de points fondamentaux qui dépassent le cadre d'études strictement limitées à l'ordre directionnel et qui soulignent la difficulté d'obtenir des résultats sûrs lors d'études de cinétique d'établissement de l'ordre par exemple.

A l'issue de ce travail, nous pensons que l'ordre directionnel constitue bien un puissant moyen d'investigation dans l'étude fondamentale des phénomènes d'ordre en général et des interactions "magnétiques". Cependant, si une balance de torsion très performante est indispensable dans les cas très délicats (faibles valeurs de F et G, influence de l'ordre directionnel sur l'anisotropie ordinaire) les durées des expériences sur un tel appareil sont la plupart du temps prohibitives. Il nous paraîtrait plus intéressant de développer un appareillage d'un type différent permettant des expériences plus rapides tout en conservant une précision suffisante. Il pourrait s'agir par exemple d'un magnétomètre à échantillon tournant, analogue à celui mis au point par G. AUBERT et L. FRAZAO (43) et adapté pour permettre les traitements thermiques in situ.

APPENDICE I

La solution générale de l'équation différentielle du premier ordre

$$\frac{dW}{dt} + \frac{W}{\tau} = \frac{W_\infty}{\tau}$$

ou $$\frac{dW}{dT} - \frac{W}{\beta\tau} = -\frac{W_\infty}{\beta\tau}$$

nécessite le calcul d'intégrale du type $I = \int_{T'_1}^{T'_o} h_{(T')} e^{-F_{(T')}} f_{(T')} dT'$

avec $f_{(T')} = \frac{1}{\beta\tau} = \frac{dF}{dT'}$

La fonction $g_{(T')} = f_{(T')}\, e^{-F_{(T')}}$ présente un maximum très aigu pour une valeur T'_c de T telle que

$$\left(\frac{d\tau}{dT'}\right)_{T'_c} = -\frac{1}{\beta}$$

car τ varie très rapidement avec la température T' .
Ce maximum est aussi celui de l'intégrale I dans la mesure où $h_{(T')}$ est une fonction lentement variable.

Supposons que $\tau = \tau_o \exp \frac{\alpha}{T'}$, avec $\tau_o \simeq 10^{-12}$s et $\alpha \simeq 25\ 000$K, ce qui correspond approximativement à nos échantillons, alors

$$T'^2_c = \alpha\beta\tau_c \quad \text{où } \tau_c = \tau(T'_c)$$

Posons $x = \frac{\alpha}{T'^2_c}(T' - T'_c)$

$f_{(T')}$ est, avec une bonne approximation, donnée par

$$f_{(T')} \simeq \frac{1}{\beta\tau_c}\, e^x$$

$$\text{d'où } g_{(T')}dT' = e^x\, e^{-e^x}\, dx$$

Avec $\beta \simeq 200$K/mn, $T'_c \sim 10^3$K , $x_1 \sim -20$ si la température finale est

l'ambiante. Au voisinage de T'_c, $h_{(T')}$ peut être considérée comme une fonction linéaire de la température. Nous aurons donc à calculer des intégrales de la forme :

$$I_1 = \int_{x_1}^{x_o} e^x \, e^{-e^x} dx \quad \text{et} \quad I_2 = \int_{x_1}^{x_o} x e^x e^{-e^x} dx$$

Compte tenu de l'ordre de grandeur de x_1,

$$I_1 \simeq 1 - e^{-e^{x_o}} \quad \text{et} \quad I_2 = -\gamma - x_o \, e^{-e^{x_o}} - E_1(e^{x_o})$$

(γ constante d'EULER égale à 0,5772)

et E_1 fonction exponentielle intégrale

$$E_1(z) = \int_z^\infty \frac{e^{-t}}{t} dt = -\gamma - \text{Log}z - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n z^n}{n\,n!}$$

dont le développement asymptotique pour $z \to \infty$ est

$$E_1(z) \simeq \frac{e^{-z}}{z} \left(1 - \frac{1}{z} + \frac{2}{z^2} + \ldots\right)$$

APPENDICE II

Avec les mêmes notations qu'à l'appendice I, et compte tenu des valeurs de $T'_c \gg T'_1$ et $T'_o > T'_c$, nous avons à calculer des intégrales telles que

$$\int_{-\infty}^{+\infty} e^{-ibx} \, e^x \, e^{-e^x} dx \quad \text{et} \quad \int_{-\infty}^{+\infty} x e^{-ibx} \, e^x \, e^{-e^x} dx$$

Les limites d'intégration sont justifiées par les valeurs de T'_o et T'_1 .

Dans notre cas, $b = \frac{2\omega T'_c}{\alpha\beta}$ soit numériquement $b \simeq 340$.

Le calcul explicite de ces intégrales est difficile, mais l'élément sous le signe somme ne prend de valeurs notables qu'au voisinage de $x = o$ auquel cas $e^x \, e^{-e^x}$ est équivalent à $\frac{1}{e} . \, e^{-\frac{x^2}{2}}$.

Nous avons donc pour ordre de grandeur de ces intégrales $e^{-\frac{b^2}{2}}$ et $ibe^{-\frac{b^2}{2}}$.

Comme $b >> 1$ dans notre cas, nous justifions donc que les coefficients $B_{(T'_1)}$ et $C_{(T'_1)}$ relatifs au refroidissement en champ tournant soient considérés comme nuls.

BIBLIOGRAPHIE

(1) W.L. BRAGG et E.J. WILLIAMS — Proc.Roy.Soc. A145 699 (1934); A151 540 (1935); A152 231 (1935)

(2) H. BETHE — Proc.Roy.Soc. A150 552 (1935)

(3) J.W. COWLEY — Phys.Rev. 77 669 (1950); J.Appl.Phys. 21 25 (1950)

(4) J. YVON — Cahiers de Physique n° 28 (1045)

(5) Y.Y. LI — Phys.Rev. 76 n°7 972 (1949)

(6) J.M. COWLEY — Phys.Rev. 120 n°5 1648 (1960)

(7) J.M. COWLEY — Phys.Rev. 138 n°51 1384 (1964)

(8) T. IWATA — Sci.Repts RITU A13 337 (1961)

(9) M.J. RICHARDS — Sci.D.Thesis M.I.T. (1971)

(10) S.M. ALLEN and J.W. CAHN — Act.Metall. 20 423 (1972)

(11) J. SLONCZEWSKI — Magnetism (ed. RADO and SUHL) (1963)

(12) L. NEEL — J.Phys. et le Radium 15 225 (1954)

(13) S. TANIGUCHI and M. YAMAMOTO — Sci.Repts RITU A6 330 (1954); A7 269 (1955); A8 173 (1956)

(14) H. PENDER and R.L. JONES — Phys.Rev. 1 259 (1913)

(15) P. BRISSONNEAU et P. MOSER — J. Phys.Soc.Japan Suppl. BI 17 (1962)

(16) P. BRISSONNEAU — Thèse Grenoble (1957)

(17) P. MOSER — Thèse Grenoble (1965)

(18) A.FERRO, P.MAZZETTI and G.MONTALENTI — Nuovo Cimento 23 n°2 (1962)

(19) C. ZENER — Elasticité et anélasticité des métaux - Traduction française DUNOD (1955)

(20) A.D. LE CLAIRE ET W.M. LOMER — Acta Met. 9 40 (1961)

(21) E.T. FERGUSON — Thèse Grenoble (1962)

(22) I.BOESANO, G.T.ERNST, M.C.LEMMENS, M.J. WAN LANGEN and G. DE VRIES — Phys.Status Solidi 19 107 (1967)

(23) P.E. BROMMER and H.A.T'HOOFT — Physics Letters 26A n°1 (1967)

(24) R. VERGNE — Thèse Grenoble (1962)

(25) J.PAULEVE, D.DAUTREPPE, J.LAUGIER et L.NEEL — J.Phys.Rad. 23 841 (1962) et J.Appli.Physics 35 873 (1964)

(26) W.CHAMBRON, A.CHAMBEROD et J.PAULEVE — C.R.Acad.Sc. 262 1417 (1966)

(27) A.CHAMBEROD et J.PAULEVE — J.Phys.Chem.Solids Vol. 29 1683 (1968)

(28) K. AOYAGI — Sci.Repto RITU 13 (1961)

(29) W. CHAMBRON — C.R.Acad.Sci. 265 342 (1967)

(30) J.J.M. FRANSE — Thèse Amsterdam (1969)

(31) H.W. DE WIJN and J.J.M. FRANSE — Physics Letters 21 (1966)

(32) P. MOSER et D. DAUTREPPE — Journal de Physique 24 515 (1963)

(33) D. DAUTREPPE — Coll.International - C.N.R.S. - n°167 Sept (1966)

(34) R. BRUSETTI et W. CHAMBRON — J.Phys.Chem.Solids 33 993 (1972)

(35) G. AUBERT — Thèse Grenoble(1966)

(36) R. PARDINA — Diplôme d'Etudes Supérieures (1960) Grenoble

(37) R. VERGNE et J.L. PORTESEIL — Revue de Physique Appliquée n°6 95 (1971)

(38) P. BRISSONNEAU — Journal Phys.et le Rad. 23 869 (1962)

(39) P. ESCUDIER — Communication personnelle

(40) W.D. DOYLE et P.J. FLANDERS — Proceedings of the International Conférence of Magnetism Nottingham (1964) P 751

(41) P. VILLEMAIN — Thèse Dr. Spécialité (1971)

(42) G. AUBERT, R. PECHART, M. RITZ — Journal de Physique Colloque International de Magnétisme Grenoble C1 96 (Mars 1971)

(43) L. FRAZAO — Thèse Grenoble(1971)

Dernière page d'une thèse

VU

Grenoble, le

le Président de la thèse

Professeur L. NÉEL
MEMBRE DE L'INSTITUT
DIRECTEUR DU LABORATOIRE
DE MAGNÉTISME

VU, et permis d'imprimer,

Grenoble, le

le Président de l'Université
Scientifique et Médicale